
BACHELORARBEIT

Herr
Till Tiemann

**Mechanische Eigenschaften
von dotierten und undotierten
ta-C Schichten**

Mittweida, 2015

BACHELORARBEIT

Mechanische Eigenschaften von dotierten und undotierten ta-C Schichten

Autor:

Herr

Till Tiemann

Studiengang:

Physikalische Technik

Seminargruppe:

PT11Lw1-B

Erstprüfer:

Prof. Dr. rer. nat. Steffen Weißmantel

Zweitprüfer:

Dipl.-Ing. Maren Nieher

Einreichung:

Mittweida, 05.02.2015

Verteidigung/Bewertung:

Mittweida, 2015

BACHELORTHESIS

Mechanical properties of doped and undoped ta-C films

author:

Mr.

Till Tiemann

course of studies:

Physikalische Technik

seminar group:

PT11Lw1-B

first examiner:

Prof. Dr. rer. nat. Steffen Weißmantel

second examiner:

Dipl.-Ing. Maren Nieher

submission:

Mittweida, 05.02.2015

defence/ evaluation:

Mittweida, 2015

Bibliografische Beschreibung:

Tiemann, Till:

Mechanische Eigenschaften von dotierten und undotierten ta-C Schichten. 2015.
Mittweida, Hochschule Mittweida, Fakultät Mathematik/Naturwissenschaften/
Informatik, Bachelorarbeit, 2015

Referat:

Ziel der Arbeit ist die Analyse der mechanischen Eigenschaften von undotierten und mit stickstoffdotierten ta-C Schichten. Zudem werden Biegeproben gebogen und die Auswirkungen auf die Schicht untersucht. Des Weiteren werden Fräser mit ta-C beschichtet und die Veränderung des Standweges mit anders beschichteten Fräsern verglichen.

Inhalt

| | |
|--|------------|
| Inhalt | I |
| Abbildungsverzeichnis | III |
| Tabellenverzeichnis | V |
| Abkürzungsverzeichnis | VI |
| 1 Einleitung und Zielsetzung | 1 |
| 2 Theoretische Grundlagen | 3 |
| 2.1 Der Kohlenstoff | 3 |
| 2.2 Eigenschaften von Kohlenstoffformen | 5 |
| 2.3 Überblick ausgewählter Abscheideverfahren für Kohlenstoffschichten | 7 |
| 1. Ablationslaser | 9 |
| 3 Stand der Technik | 11 |
| 3.1 Beschichtung von Fräsern [13] | 11 |
| 3.2 Stickstoffdotierte ta-C Schichten | 12 |
| 4 Anlagentechnik, Verfahren und verwendete Substrate | 15 |
| 4.1 Anlagentechnik | 15 |
| 4.2 PLD | 16 |
| 4.2.1 Ablation | 16 |
| 4.2.2 Relaxation | 17 |
| 4.3 Messmethoden für die Schichtcharakterisierung | 17 |
| 4.3.1 Oberflächenprofilometer | 17 |
| 4.3.2 Photospektrometer | 18 |
| 4.3.3 Digital Mikroskop | 19 |
| 4.3.4 Rasterelektronenmikroskop | 19 |
| 4.3.5 Härtemessgerät | 20 |
| 4.4 Prüfverfahren | 21 |
| 4.4.1 Biegeprüfgerät Typ2 | 21 |
| 4.5 Verwendete Substrate | 22 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 5 | Stickstoffdotierung von ta-C Schichten | 23 |
| 5.1 | <i>Abschätzung des Stickstoffgehaltes.....</i> | <i>23</i> |
| 5.2 | <i>ta-C / ta-C:N Mehrschichtsystem</i> | <i>26</i> |
| 5.3 | <i>Durchgängige ta-C:N Schichten.....</i> | <i>30</i> |
| 5.4 | <i>Ta-C:N beschichtete Hartmetallproben</i> | <i>33</i> |
| 5.5 | <i>Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick.....</i> | <i>36</i> |
| 6 | Auswirkungen von Biegebeanspruchung auf ta-C beschichtete Stahlproben..... | 37 |
| 6.1 | <i>Ergebnisse des Biegetestes.....</i> | <i>38</i> |
| 6.2 | <i>Zusammenfassung und Ausblick.....</i> | <i>42</i> |
| 7 | Mit ta-C beschichtete Schaftfräser | 43 |
| 7.1 | <i>Beschichtung der Schaftfräser</i> | <i>43</i> |
| 7.2 | <i>Ergebnisse der Standwegversuche [12].....</i> | <i>44</i> |
| 7.3 | <i>Ausblick</i> | <i>45</i> |
| | Literaturverzeichnis | 46 |
| | Anlagen | 49 |
| | A1. Einstellung der Relaxation..... | I |
| | A2. Oberflächenbilder der Biegeprobe | IV |
| | Selbstständigkeitserklärung | 13 |

Abbildungsverzeichnis

| | |
|--|----|
| Abbildung 1: Gitterstruktur von Diamant..... | 3 |
| Abbildung 2: Gitterstruktur von Graphit..... | 3 |
| Abbildung 3: Amorpher Kohlenstoff | 3 |
| Abbildung 4: Übersicht der Hybridorbitale [2]..... | 4 |
| Abbildung 5: Einordnung der Kohlenstoffschichten nach Robertson [10]..... | 5 |
| Abbildung 6: Schematische Darstellung des FCVA-Verfahrens..... | 8 |
| Abbildung 7: Schematischer Aufbau der Ablationskammer | 9 |
| Abbildung 8: Härte und Elastizitätsmodul bei unterschiedlichen Partialdrücken..... | 13 |
| Abbildung 9: Härte und Elastizitätsmodul bei unterschiedlichen Ionenenergien..... | 14 |
| Abbildung 10: Schematische Darstellung Biegetest..... | 21 |
| Abbildung 11: Schematischer Aufbau einer Mehrschicht-Probe | 26 |
| Abbildung 12: Schichtspannung und Stickstoffgehalt in Abhängigkeit der Ionenbeschussdauer | 28 |
| Abbildung 13: Schematischer Aufbau einer kontinuierlichen ta-C:N Schicht..... | 30 |
| Abbildung 14: Schichtspannung und Stickstoffgehalt in Abhängigkeit vom Partialdruck.. | 31 |
| Abbildung 15: Transmissionsgrad in Abhängigkeit der Wellenlänge bei unterschiedlichen Dotierungsgraden..... | 33 |
| Abbildung 16: Vergleich der Härte von Schichten mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt bei unterschiedlichen Lasten | 35 |
| Abbildung 17: Vergleich des Elastizitätsmoduls von Schichten mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt bei unterschiedlichen Lasten | 35 |

| | |
|---|----|
| Abbildung 18: Oberflächenaufnahme der ungebogenen Biegeprobe mit 500-facher Vergrößerung..... | 38 |
| Abbildung 19: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 40° mit 500-facher Vergrößerung..... | 39 |
| Abbildung 20: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 45° mit 500-facher Vergrößerung..... | 39 |
| Abbildung 21: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 50° mit 500-facher und deutlicher Rissbildung | 40 |
| Abbildung 22: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei kompletter Biegung mit 500-facher und deutlicher Rissbildung | 41 |
| Abbildung 23: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe mit Biegung nach DIN EN ISO 1519 mit 500-facher Vergrößerung | 41 |
| Abbildung 24: Lage des Fräasers innerhalb des Rezipienten..... | 43 |
| Abbildung 25: Ergebnisse der Untersuchung des Vorschubweges bei unterschiedlich beschichteten Fräsern | 44 |
| Abbildung 26: Vergleich der ta-C beschichteten Fräser nach Erreichen der Standwegsgrenze; links ARC; rechts PLD | 45 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|--|----|
| Tabelle 1: Optische und Mechanische Eigenschaften von Diamant und Graphit [3] und ta-C [1] | 6 |
| Tabelle 2: Physikalische Eigenschaften von Diamant und Graphit | 6 |
| Tabelle 3: Technische Daten LPX Pro 305 mit stabilen und instabilen Resonator | 15 |
| Tabelle 4: Einstellungen der Ionenquelle und Durchflussregler bei Mehrschichtsystemen | 26 |
| Tabelle 5: Berechneter und gemessener Stickstoffgehalt von Multilayer-Proben mit einer Schichtdicke von 100 nm bei unterschiedlichen Einschaltdauern t_i der Ionenquelle | 27 |
| Tabelle 6: Schichtspannung und Stickstoffgehalt von Mehrschichtsystemen mit einer Gesamtdicke von 100 nm bei unterschiedlichen Einschaltdauern der Ionenquelle t_i | 28 |
| Tabelle 7: Einstellungen der Ionenquelle und Durchflussregler bei kontinuierlichen ta-C:N Schichten | 30 |
| Tabelle 8: Stickstoffgehalt und Schichtspannung von durchgängigen ta-C:N Proben | 31 |
| Tabelle 9: Härte und Elastizitätsmodul von Proben mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt | 34 |
| Tabelle 10: Parameter für die Beschichtung der Biegeprobe | 37 |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|-----------------------|------------------------------------|
| PLD | engl. Pulsed Laser Deposition |
| ta-C | tetraedrisch amorpher Kohlenstoff |
| ta-C:N | |
| eV | Elektronenvolt |
| nm | Nanometer |
| a-C | amorpher Kohlenstoff |
| DLC | engl. Diamond like carbon |
| g | Gramm |
| cm³ | Kubikzentimeter |
| | parallel |
| ⊥ | senkrecht |
| GPa | Gigapascal |
| Ω | Widerstand |
| cm | Zentimeter |
| J | Joule |
| K | Kelvin |
| °C | Grad Celsius |
| PVD | engl. physical vapour deposition |
| CVD | engl. chemical vapour deposition |
| FCVA | engl. filtered cathodic vacuum arc |
| TiN | Titannitrid |
| TiCN | Titancarbonnitrid |
| AlTiN | Aluminiumtitannitrid |
| AlTiCrN | Aluminiumtitanchromnitrid |
| CrN | Chromnitrid |

| | |
|-------------------------|------------------------------------|
| RF | engl. Radiofrequency |
| Pa | Pascal |
| sccm | Standardkubikzentimeter |
| KrF | Kryptonfluorid |
| ns | Nanosekunden |
| mJ | Milijoule |
| Hz | Hertz |
| bzw. | beziehungsweise |
| WC | Wolframcarbid |
| s | Sekunde |
| µm | Mikrometer |
| mN | Milinewton |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| EDX | energiedispersive Röntgenstrahlung |
| U/min | Umdrehungen pro Minute |
| A | Ampere |
| V | Volt |
| R_{mess} | gemessener Stickstoffgehalt |
| R_{ber} | berechneter Stickstoffgehalt |
| m | Meter |

1 Einleitung und Zielsetzung

In der Industrie und Forschung gibt es großes Potenzial zur Nutzung unterschiedlichster Beschichtungen. Durch Beschichtungen werden die optischen, elektrischen, physikalischen und chemischen Eigenschaften von Materialien verändert und optimiert. Der Kohlenstoff, als Beschichtungsmaterial, besitzt auf Grund seiner Vielseitigkeit ein weites Spektrum von Anwendungsbereichen. Er kann in kristallinen, wie Diamant und Graphit, oder amorphen Strukturen, wie amorpher Kohlenstoff, vorliegen. Dabei unterscheiden sich diese grundlegend in ihren Eigenschaften.

Mit der Laserpulsabscheidung (engl. Laser Pulsed Deposition PLD) können verschiedene Formen von amorphem Kohlenstoff hergestellt werden. Eine Variante des amorphen Kohlenstoffes ist der tetraedisch amorphe Kohlenstoff (ta-C). Er zeichnet sich durch hohe Härte, glatte Oberflächen und chemische Inertheit aus. Diese Eigenschaften dienen vor allem zur Erhöhung der Standzeit von Werkzeugen. Der Nachteil von ta-C sind hohe Schichtspannungen und ein geringer elastischer Bereich des Elastizitätsmoduls, was die Gefahr eines Schichtversagens bei Verformung birgt.

Ziel der Arbeit ist es zu ermitteln, ob durch eine Stickstoffdotierung der Schichten eine Verringerung der Schichtspannung erreicht werden kann und wie sich die mechanischen Eigenschaften, wie Härte und der Elastizitätsmodul, sich verändern. Zudem wird die ta-C Beschichtung einer Biegebelastung ausgesetzt und ta-C beschichtete Fräser auf ihre Standwegsveränderung untersucht. Diese Ergebnisse dienen als Referenzwerte für spätere Arbeiten.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Der Kohlenstoff

Der Kohlenstoff ist ein Element der vierten Hauptgruppe im Periodensystem der Elemente. Es ist ein nichtmetallisches Element, das vier Valenzelektronen besitzt, die jeweils Bindungen mit anderen Elementen eingehen können. Die wichtigsten und bekanntesten Beispiele für allotrope Formen sind der Diamant, das Graphit oder der amorphe Kohlenstoff. Allotropie bedeutet, dass ein chemisches Element, welches im gleichen Aggregatzustand vorliegt, mehrere Strukturformen besitzen kann und diese sich grundlegend von ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften unterscheiden. Allotrope Formen werden auch als Modifikationen eines Elementes bezeichnet und unterscheiden sich in ihrer Gitterstruktur. [1]

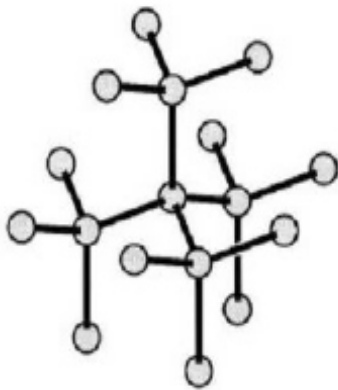


Abbildung 1: Gitterstruktur von Diamant

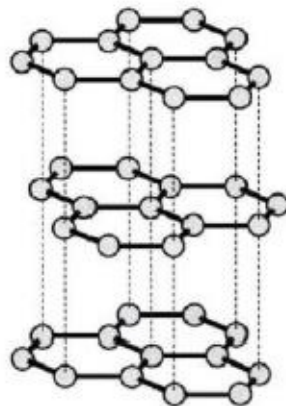


Abbildung 2: Gitterstruktur von Graphit

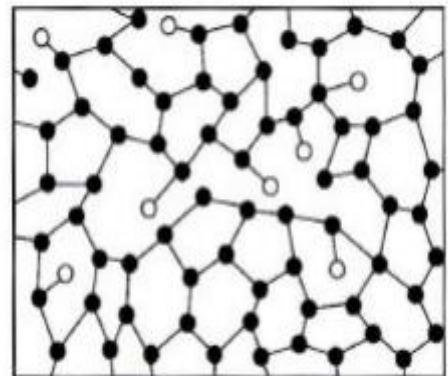


Abbildung 3: Amorpher Kohlenstoff

Diamant besitzt eine kristalline Gitterstruktur (Abbildung 1), bei der jedes Kohlenstoffatom aufgrund seiner Vierwertigkeit mit vier benachbarten Kohlenstoffatomen eine kovalente Bindung eingeht. Durch diese Anordnung entsteht ein Tetraeder. Die Atomabstände sind in dieser Form gleichbleibend groß (0,154 nm). Die geringen Atomabstände und die kovalenten Bindungen führen zu hohen Bindungskräften zwischen den Atomen (7,02 eV), die wiederum zu der hohen Festigkeit und Härte von Diamant führen. [1]

Das Graphit besitzt ebenso wie Diamant eine kristalline Form (Abbildung 2). Dabei baut sich Graphit aus einzelnen Schichten auf, die als Basalebene oder Graphenschichten bezeichnet werden. In einer Ebene geht ein Kohlenstoffatom jeweils mit drei benachbarten Atomen eine kovalente Bindung ein. Es entstehen Ebenen, die aus mehreren Sechsecken zusammengesetzt sind. Zwischen den einzelnen Atomen besteht ein geringer Atomabstand von 0,142 nm. Zwischen den Ebenen, die durch schwache Van-der-Waals Bindungen zusammengehalten werden, besteht hingegen ein relativ großer Abstand von 0,333 nm. Dadurch besitzt Graphit in einer Basalebene eine hohe Festigkeit, aber zueinander können die Ebenen leicht verschoben werden [1].

Die Gitterstruktur hängt davon ab, wie die einzelnen Atome gebunden sind. Beim Diamant geht ein Atom mit vier Atomen eine Bindung ein und ist somit sp^3 -hybridisiert. Beim Graphit geht ein Atom mit drei weiteren eine Bindung ein und ist dadurch sp^2 -hybridisiert. Die Hybridisierung entsteht durch die Aufspaltung von Energieniveaus. Beim Kohlenstoff spalten sich das 2s- und 2p-Orbital auf und bilden ein Hybridorbital. Für die Bildung eines Hybridorbitales kommt es zu einer Abnahme der Energie des höheren und eine Zunahme der Energie des niedrigeren Energieniveaus. Die Hybridisierungsart hat einen Einfluss auf die Stärke der Bindung und somit auch auf die Härteeigenschaften des Materials. Die unterschiedlichen Hybridisierungszustände entstehen durch die Anzahl der 2p-Orbitale, die bei der Hybridisierung beteiligt sind. Sind drei 2p-Orbitale beteiligt, bildet sich eine sp^3 -Hybridisierung aus.

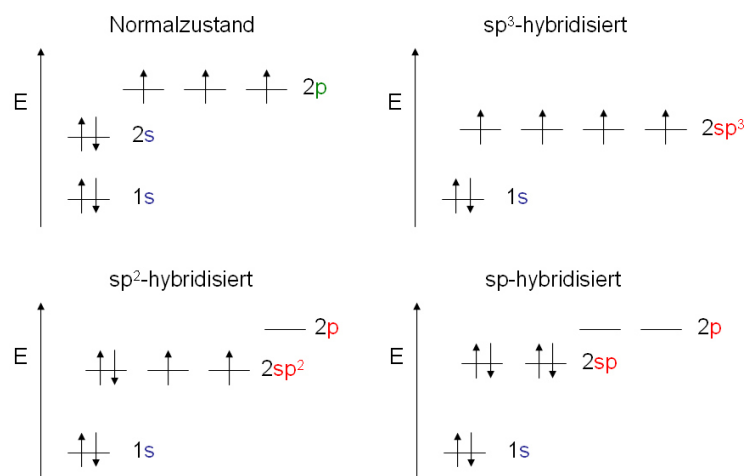


Abbildung 4: Übersicht der Hybridorbitale [2]

Der amorphe Kohlenstoff besitzt im Gegensatz zu Diamant oder Graphit keine kristalline Struktur, sondern liegt in einer regellosen Nahordnung vor (Abbildung 3). Diese allotrope Form des Kohlenstoffes kann sowohl in sp^2 - oder/und sp^3 -hybridisierten Zustand vorliegen. Welche Hybridisierung vorliegt hängt von der kinetischen Energie der ablatierten Teilchen ab. [1]

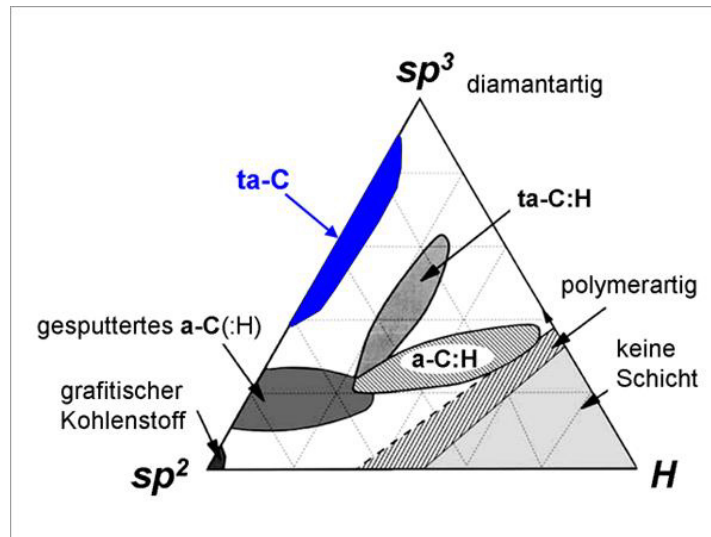


Abbildung 5: Einordnung der Kohlenstoffschichten nach Robertson [10]

Die Anteile der Bindungsarten dienen zur Einteilung der amorphen Kohlenstoffschichten (Abbildung 5). Die amorphen Kohlenstoffschichten können in amorphen (a-C) oder tetraedrisch amorphen Kohlenstoff vorliegen, die jeweils auch eine wasserstoffhaltigen Form besitzen. Bei einem sehr hohen Wasserstoffgehalt werden die Schichten polymerartig. Im Weiteren findet der tetraedrisch amorphe Kohlenstoff eine besondere Berücksichtigung. Er ist zu mindestens 70 % sp^3 -hybridisiert und zählt zu den amorphen, wasserstofffreien, diamantähnlichen Kohlenstoffschichten (engl. DLC –diamond like carbons). Mit hohen Härtewerten von 40-75 GPa zählt er zu den superharten Schichten.[1]

2.2 Eigenschaften von Kohlenstoffformen

Die Eigenschaften von den allotropen Formen des Kohlenstoffes unterscheiden sich grundlegend. Die folgenden Tabellen 1 und 2 stellen die Eigenschaften von Diamant und Graphit gegenüber.

Tabelle 1: Optische und Mechanische Eigenschaften von Diamant und Graphit [3] und ta-C [1]

| | Diamant | Graphit | ta-C |
|--|--------------------------|--|--|
| Optische Eigenschaften | | | |
| Farbe | Farblos | Schwarz mit metallischem Glanz | Transparent bei einer Dicke von <100 nm danach Interferenzfarben |
| Brechungsindex $n_D(546\text{nm})$ | 2,43 | 2,15 \parallel ; 1,81 \perp | 2,5 |
| Bandlücke | 5,5 eV | 0 eV | 2,2 - 2,3 eV |
| Mechanische Eigenschaften | | | |
| Dichte | 3,514 g cm ⁻³ | 2,266 g cm ⁻³ | 3,2-3,3 g·cm ⁻³ |
| Härte (Mohs) | 10 | 1 \parallel ; 4,5 \perp | 40-90 GPa |
| Elastizitätsmodul | 1143 GPa | 18,8 GPa \parallel 5,24 GPa \perp | 200-900 GPa |

Tabelle 2: Physikalische Eigenschaften von Diamant und Graphit

| Physikalische Eigenschaften | | |
|---|---|--|
| | Diamant | Graphit |
| Spez. Widerstand | $10^{14} - 10^{16} \Omega \text{ cm}$ | 0,4 – 0,5 $\Omega \text{ cm} \parallel$ 0,2 – 1,0 $\Omega \text{ cm} \perp$ |
| Elektrische Leitfähigkeit | Elektrischer Isolator $8 \cdot 10^{-14} \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$ | $10^4 - 2 \cdot 10^{-5} \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1} \parallel$ 0,33 – 200 $\Omega^{-1} \text{ cm}^{-1} \perp$ |
| Spezifische Wärmekapazität bei 25 °C | 6,12 J/mol·K | 0,126 J/mol·K |
| Wärmeleitfähigkeit | 20 W/cm·K | 4,19 W/cm·K |
| Wärmeausdehnungskoeffizient | $1,06 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ | $2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ |
| Reibkoeffizient | <0,2 | 0,14 |

Die Ebenenstruktur von Graphit führt zu einem anisotropen Verhalten bei den Eigenschaften. Das heißt Graphit besitzt unterschiedliche Eigenschaften in unterschiedlichen Raumrichtungen. Die Anwendungsbereiche sind von den jeweiligen Eigenschaften abhängig.

Bei den physikalischen Eigenschaften von ta-C sind bis dato nur der Reibkoeffizient gemessen worden (0,1 - 0,15 gegen Stahl). [4]

2.3 Überblick ausgewählter Abscheideverfahren für Kohlenstoffschichten

Die Abscheidung von dünnen Schichten kann in zwei große Bereiche unterteilt werden. Zum einen das PVD Verfahren (physical vapour deposition) und zum anderen das CVD Verfahren (chemical vapour deposition). Bei dem PVD-Verfahren werden schichtbildende Teilchen eines Festkörpertargetmaterials durch physikalische Prozesse wie Zerstäubung, thermisches Verdampfen oder Laserablation in die Gasphase überführt. Beim CVD-Verfahren werden gasförmige Ausgangsstoffe durch thermisch-, photonen- oder plasmainduzierte Reaktionen zersetzt. Die in der Gasphase befindlichen Teilchen kondensieren an der Substratoberfläche, was zu einer Schichtbildung führt. Es gibt ein paar Verfahren für das Abscheiden von ta-C Schichten. Das FCVA-Verfahren (Filtered Cathodic Vacuum Arc deposition) und PLD-Verfahren (Pulsed Laser Deposition) sind für die Herstellung von Stickstoff dotierten ta-C Schichten die bedeutendsten.

FCVA (Filtered Cathodic Vacuum Arc)

Das FCVA-Verfahren ist eine Kombination aus Bogenverdampfung und Ionenstrahlverdampfung und zählt somit zu den PVD-Verfahren. Bei dem Verfahren wird ein Lichtbogen gezündet, welcher ein Graphittarget verdampft. Beim Verdampfen entstehen einzelne und auch größere Kohlenstoffteilchen. Die größeren Teilchen werden als Droplets bezeichnet und würden die Schichtqualität verringern, wenn sie in die Schicht eingebaut werden. Deshalb werden die Kohlenstoffteilchen vorher durch einen Massenseparator geleitet. In diesem werden die Droplets unter der Nutzung der Lorentzkraft herausgefiltert, sodass nur die einzelnen C^+ -Teilchen in die Vakuumkammer und zum Substrat geführt werden. Das Substrat wird als Kathode geschaltet, wodurch die positiven Kohlenstoffteilchen auf die Substratoberfläche beschleunigt werden und sich dort abscheiden. Eine Dotierung der ta-C Schicht mit Stickstoffatomen erfolgt durch die Einleitung von Stickstoff als Hintergrundgas[5].

Vorteilhaft bei diesem Verfahren ist das Herausfiltern von großen Partikeln, wodurch sich die Schichtqualität erhöht. Allerdings ergibt sich wiederum durch das Filtern eine geringe Aufwachsrate, da wenige Teilchen in die Ablationskammer gelangen. Zudem muss das Substrat elektrisch leitend sein, damit eine Beschichtung erfolgen kann.

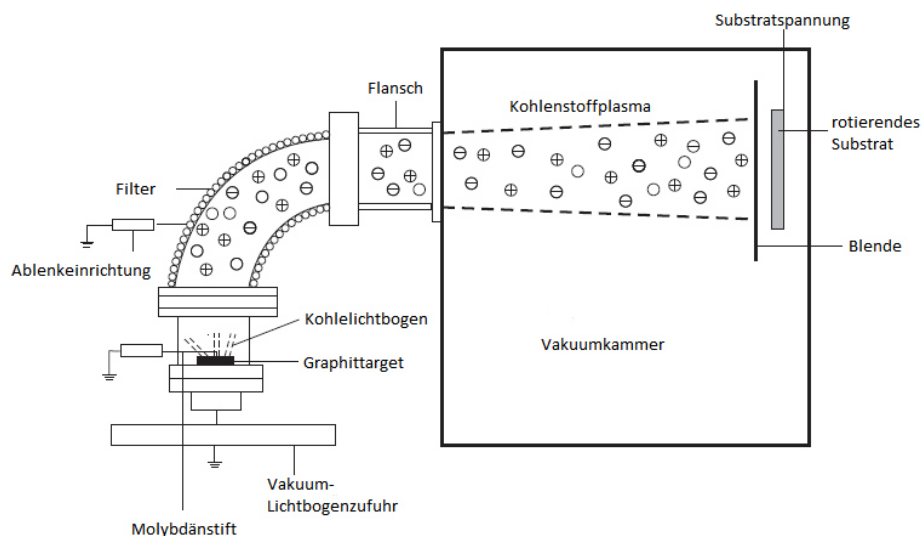
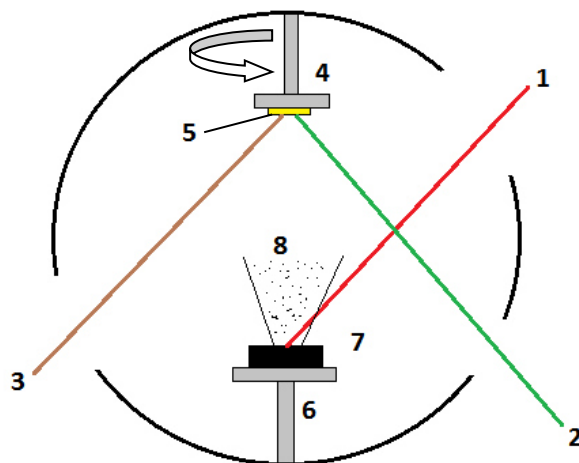


Abbildung 6: Schematische Darstellung des FCVA-Verfahrens

PLD (Pulsed Laser Deposition)

Bei dem PLD-Verfahren werden Teilchen mit Hilfe eines fokussierten, gepulsten Laserstrahles ablatiert. Der Laserstrahl wird dabei im oberflächennahen Bereich vom Targetmaterial absorbiert. Dabei werden hohe Energieflussdichten in einem kleinen Volumen erreicht. Die Tiefe der Absorption ist von dem Targetmaterial und der verwendeten Laserwellenlänge abhängig. Überschreitet die Fluenz der Laserstrahlung als die Schwellfluenz des Targetmaterials, kommt es zu einer Erwärmung und einer Überschreitung der Verdampfungstemperatur des Materials. Das Material wird aufgeschmolzen und innerhalb eines kleinen Volumens steigt der Druck stark an. Dadurch lösen sich Teilchen mit einer sehr hohen kinetischen Energie senkrecht von der Targetoberfläche ab. Der entstehende Teilchenstrom absorbiert einen Teil der Laserstrahlung, wodurch es zu einer Ionisation und einer Plasmaausbildung kommt. Gleichzeitig sinkt die Energiedichte, die die Targetoberfläche erreicht. Das Plasma heizt sich durch die Laserstrahlung weiter auf und führt zu einer Ausstoßung von Ionen, Elektronen und Atomen. Die Eigenschaften sowie die kinetische Energie können durch die Laserstrahlparameter variiert werden.



1. Ablationslaser
2. Entspannungslaser
3. Ionenstrahl
4. Substrathalter mit Rotation
5. Probe
6. Substratwechsler
7. Target
8. Ablatierte Teilchen (Plasma)

Abbildung 7: Schematischer Aufbau der Ablationskammer

3 Stand der Technik

3.1 Beschichtung von Fräsern [13]

Ziel der Beschichtung von Fräsern ist es den Werkzeugverschleiß zu verringern und dadurch die Standzeit und den Standweg zu erhöhen. Einige Beschichtungen besitzen dafür nützliche Eigenschaften wie eine hohe Oberflächenhärte, einen niedrigen Reibungskoeffizienten und eine niedrige Wärmeübertragung in das Werkzeug. Die genutzten Beschichtungen unterscheiden sich dabei immer in ihren Anwendungsgebieten. Das bedeutet, dass bestimmte Beschichtungen besser geeignet sind, um harte Materialien zu fräsen und andere wiederum den Vorteil besitzen, dass sie nicht gekühlt werden müssen. Die gängigsten Beschichtungen sind folgende:

- Titannitrid (TiN):

TiN ist eine der meist verwendeten Beschichtung und wird mit niedrigen Schnittgeschwindigkeiten von Stählen mit niedriger Festigkeit genutzt. Im Vergleich zu unbeschichteten Werkzeugen wird die Standzeit um 30 - 40 % erhöht

- Titancarbonitrid (TiCN):

TiCN besitzt eine erhöhte Abriebbeständigkeit und einen geringen Reibungskoeffizienten. Sie besitzt eine hohe Härte und eine gute Zähigkeit und ist somit geeignet, um Stähle mit niedriger bis mittlerer Festigkeit zu fräsen. Um die Beschichtung effektiv zu nutzen, muss das Werkzeug gekühlt werden.

- Titanaluminiumnitrid (TiAlN)

TiAlN ist eine Beschichtung die genutzt werden kann, um viele Materialien mit mittlerer bis hoher Festigkeit mit einer mittleren bis hohen Schnittge-

schwindigkeit zu bearbeiten. Zudem müssen Werkzeuge mit dieser Beschichtung nur minimal gekühlt werden.

- Aluminiumtitannitrid (AlTiN)

AlTiN ist besonders oxidationsbeständig und kann zum Fräsen mit hohen Schnittgeschwindigkeiten genutzt werden. Durch die Beschichtung können Stähle mit hoher Festigkeit bearbeitet werden.

- Aluminiumtitanchromnitrid (AlTiCrN)

AlTiCrN ist besonders geeignet Materialien mit höher Wärmeabriebbeständigkeit.

- Chromnitrid (CrN)

CrN ist für die Bearbeitung von Nichteisenmetallen geeignet.

3.2 Stickstoffdotierte ta-C Schichten

Die Wissenschaftler E. Liu, et.al haben in ihrer Arbeit „The effect of nitrogen on the mechanical properties of tetrahedral amorphous carbon films deposited with a filtered cathodic vacuum arc“ [5] die mechanischen Eigenschaften von stickstoffdotierten ta-C Schichten untersucht. Die Härte und der Elastizitätsmodul sind Schwerpunkte dieser Untersuchung gewesen.

Im ersten Teil der Arbeit kamen $<100>$ Siliziumsubstrate zur Anwendung, die mittels FCVA-Verfahren mit ta-C beschichtet wurden. Vor der Beschichtung sind die Silizium Substrate mit einem Argonionenstrahl gereinigt worden. Die Dotierung mit Stickstoffteilchen erfolgte während der Beschichtung durch eine RF-Ionenquelle. Der Partialdruck, geregelt über den Stickstoffdurchfluss, variierte im Bereich von $6,67 \cdot 10^{-2}$ bis $1,33 \cdot 10^{-5}$ Pa und führte zu einem veränderten Dotierungsgrad. Eine Aussage über den Stickstoffgehalt der Schicht gab es in der Arbeit nicht.

Der zweite Teil der Arbeit befasste sich mit der Ionenenergie und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Der Partialdruck entsprach $1,33 \cdot 10^{-2}$ Pa (Durchfluss von 7 sccm) und blieb konstant. Die Ionenenergie variierte im Bereich von 0 – 150 eV. Eine Ionenenergie von 0 eV entspricht der Einleitung von neutralen Stickstoffmolekülen.

Die Ergebnisse des variierten Dotierungsgrades sind in der Abbildung 8 zu erkennen. Bei einem geringen Anteil von Stickstoff ist die ta-C Schicht minimal härter und der Elastizitätsmodul (Young's modulus) steigt ebenfalls leicht, gegenüber einer nicht dotierten Schicht, an. Wird die Schicht höher mit Stickstoff dotiert, dann sinkt die Härte sowie der Elastizitätsmodul rapide ab. Die Abnahme wird mit dem steigenden Stickstoffanteil in Verbindung gesetzt. Dieser bewirkt eine zunehmende Graphitisierung der Schicht.

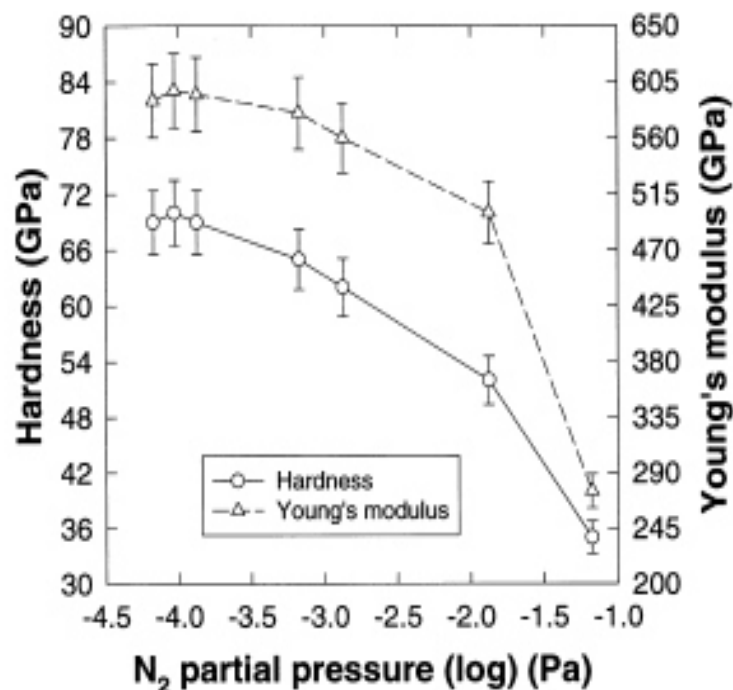


Abbildung 8: Härte und Elastizitätsmodul bei unterschiedlichen Partialdrücken

Die Ergebnisse der variierten Ionenenergien sind in Abbildung 9 dargestellt. Die Erhöhung der Ionenenergie führt zu einer sofortigen Verringerung der Härte und des Elastizitätsmodul von der Schicht. Ab einer Ionenenergie von >110 eV verändern sich die Härte und der Elastizitätsmodul nicht mehr und nehmen konstante Werte von ca. 42 GPa (Härte) bzw. 390 GPa (Elastizitätsmodul). Die Abnahme

wird mit der hohen Ionenenergie begründet, die zu einer Umwandlung, von der sp^3 -Hybridisierung zu einer sp^2 -Hybridisierung, führt.

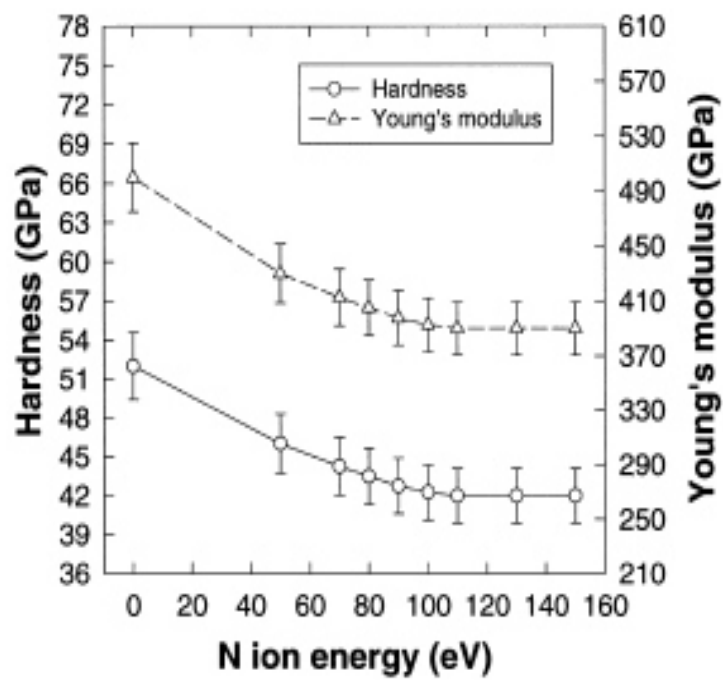


Abbildung 9: Härte und Elastizitätsmodul bei unterschiedlichen Ionenenergien

4 Anlagentechnik, Verfahren und verwendete

Substrate

4.1 Anlagentechnik

Für die lasergestützte Abscheidung von tetraedrisch amorphem Kohlenstoffschichten werden KrF-Excimerlaser LPX Pro 305 von der Firma Coherent verwendet. Dabei besitzt der Laser, der zur Laserablation genutzt wird, einen instabilen und der Laser für die Laserpulsrelaxation einen stabilen Resonator. Die Tabelle 3 zeigt die technischen Daten der beiden Laser [11].

Tabelle 3: Technische Daten LPX Pro 305 mit stabilen und instabilen Resonator

| | Ablationslaser | Relaxationslaser |
|-----------------------------|----------------|------------------|
| Wellenlänge λ | 248 nm | 248 nm |
| Pulsdauer τ_p | 25 ns | 25 ns |
| Max. Pulsenergie E_{pmax} | 900 mJ | 1200 mJ |
| Max. Pulswiederholfrequenz | 50 Hz | 50 Hz |
| Resonatortyp | instabil | stabil |

Die Laserstrahlen für die Ablation und Relaxation werden über getrennte Strahlführungs- und Strahlformungseinrichtung sowie ein Fokussiersystem in die Ablationskammer geleitet. Dabei wird der Ablationslaserstrahl auf das Target fokussiert, um die benötigte Ablation der Teilchen zu erreichen. Der Laserstrahl für die Schichtspannungsreduzierung, die im Kapitel 4.2.2 näher erläutert wird, wird direkt auf das Substrat gerichtet. Über x-y-Achssysteme in beiden Strahlführungssystemen können die beiden Laserstrahlen abgelenkt werden. Hierbei werden der Ablationslaserstrahl in Spiral- bzw. Kreisbahnen und der Relaxationslaserstrahl in Mäandern bewegt. Mit einer Rotationseinheit für das Substrat wird eine gleichmäßige Beschichtung bzw. Entspannung erzielt. Durch einen Argonionenstrahl, der von einer Kaufmannionenquelle emittiert wird, wird das Substrat gereinigt. Die Dotierung von Schichten mit Stickstoff wird ebenfalls mit der Kaufmannionenquelle

durchgeführt. Der Zweifachtargethalter ist mit einem Graphit- und einem Wolframcarbidtarget bestückt und ermöglicht einen Wechsel der Targets ohne eine Belüftung des Rezipienten. Das genutzte Target befindet sich 7 cm unterhalb des Substrates. Der komplette Prozess findet im Hochvakuum statt. Durch das Hochvakuum wird die mittlere freie Weglänge der Teilchen erhöht und zudem ein Einbau von Fremdatomen verhindert. Durch Einlassen von Stickstoff wird der Rezipient belüftet.

4.2 PLD

4.2.1 Ablation

Das Prinzip der Ablation erfolgt wie in Kapitel 2.3 beschrieben. Es werden zwei unterschiedliche Targets genutzt. Zum einen Wolframcarbid (WC), welches als Haftschrift dient, wenn es ablatiert wird und zum anderen ein Target aus Graphit mit dem ta-C Schichten abgeschieden werden. Während der Beschichtung von stickstoffdotierten Schichten (ta-C:N) wurde die Ionenquelle für die Dotierung eingeschaltet. Die Beschichtungsdauer der Siliziumsubstrate mit einer ta-C:N Schicht beträgt 135 s für 100 nm.

Die Hartmetallsubstrate wurden mit einer 80 nm dicken Haftschrift (Beschichtungsdauer 240 s) und einer 2 µm dicken ta-C:N Schicht beschichtet. Die ta-C:N wurde in 5 einzelnen Schichten à 400 nm abgeschieden. Die Beschichtungsdauer für 400 nm beträgt 540 s.

Die Biegeprobe wurde mit einer 80 nm dicken Haftschrift und einer 1,5 µm dicken ta-C Schicht beschichtet. Die ta-C Schicht ist in 15 einzelnen Schichten à 100 nm aufgetragen worden. Immer wenn 100 nm abgeschieden worden, wird die Schicht entspannt (Kapitel 4.2.2).

Die Schaftfräser sind mit einer 320 nm dicken Haftschrift (Beschichtungsdauer 540 s) und einer 4 µm dicken ta-C Schicht beschichtet. Die ta-C Schicht wurde in einem Schritt beschichtet (64 Minuten). Es wurde keine Entspannung durchgeführt.

4.2.2 Relaxation

Bei der Relaxation (Entspannung) wird der mit 40 Hz gepulste Laserstrahl über die abgeschiedene Schicht gefahren. Der Verfahrensweg ist mäanderförmig und die Länge der Entspannung ist abhängig von der eingestellten Verfahrensgeschwindigkeit. Durch die Entspannung wird die Schicht aufgeheizt und somit getempert. In dieser Arbeit ist die Entspannung für die abgeschiedenen Schichten der Biegeprobe genutzt worden. Die ersten 300 nm der ta-C Schicht werden höher entspannt, weil die Wärmeabfuhr durch den Substrathalter größer ist, als wenn eine dickere ta-C Schicht aufgetragen ist.

4.3 Messmethoden für die Schichtcharakterisierung

4.3.1 Oberflächenprofilometer

Mit Hilfe eines Oberflächenprofilometer der Firma Dektak und der Typbezeichnung 3030 wurden Messungen zur Verbiegung, Schichtdicke und Rauheit eines Substrates durchgeführt. Dabei fährt ein Indenter, der aus einer Diamantnadel besteht und einen Spitzenradius von 12,5 µm hat, mit einer definierten Kraft (0,01 – 0,4 mN) und Geschwindigkeit über die Substratoberfläche. Der Indenter registriert die Höhenunterschiede und wandelt diese in ein digitales Signal um.

Durch die Durchbiegung die ein Substrat mit und ohne Schicht aufweist, kann die Schichtspannung der Schicht berechnet werden. Unter der Bedingung, dass die abgeschiedene Schicht wesentlich dünner ist als das Substrat, wird hierfür die Stoney-Gleichung [45] angewendet.

$$\sigma = \frac{E_S * d_s^2}{6 * (1 - \nu_s) * d_f} * \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right) \quad (1)$$

$$r = \frac{h}{2} + \frac{l^2}{8h} \quad \text{bzw.} \quad r_0 = \frac{h_0}{2} + \frac{l^2}{8h_0} \quad (2)$$

σ – Schichtspannung

E_S – Elastizitätsmodul des Substrates

d_S – Dicke des Substrates

ν_S – Poissonzahl des Substrates

d_f – Schichtdicke

r – Krümmung des beschichteten Substrates

r_0 – Krümmung des unbeschichteten Substrates

l bzw. l_0 – Messstrecke beschichtet bzw. unbeschichtet

h bzw. h_0 – Durchbiegung beschichtet bzw. unbeschichtet

4.3.2 Photospektrometer

Mit einem UV-VIS-Spektrometer können Schichtdicken von transparenten und teiltransparenten Schichten berührungslos und zerstörungsfrei gemessen werden. Das zur Verfügung stehende Photospektrometer kann sowohl den Transmissions- als auch den Reflexionsgrad mit den dazugehörigen Wellenzahlen in Abhängigkeit der eingestrahlten Wellenlänge des Messstrahles erfassen. Der Messbereich kann von 185 – 900 nm eingestellt werden. Das Messverfahren beruht auf dem Prinzip der Interferenz. Neben der Messung der Schichtdicke kann eine qualitative Einschätzung des sp^3 - bzw. sp^2 -Gehaltes gemacht werden, da sich diese im optischen Verhalten unterscheiden. Wenn bei der Messung keine Interferenzen auftreten, dann besteht die Schicht zum größten Teil aus einem sp^2 -hybridisierten Anteil.

Beträgt die Schichtdicke ein Vielfaches der Wellenlänge der Strahlung, tritt konstruktive Interferenz auf. Unter den Bedingungen, dass die Strahlung senkrecht auf die Probe auftrifft und zudem die Brechzahl der Schicht kleiner ist als die des Substrates und zugleich größer als die des Umgebungsmediums ist, kann folgenden Formel für die Berechnung der Schichtdicke d herangezogen werden.

$$d = \frac{m_{max} * \lambda_{max}}{2 * n_1} \quad (3)$$

$$m_{max} = \frac{\lambda_{max+1}}{\lambda_{max} - \lambda_{max+1}} \quad (4)$$

Die Zahl der Ordnung des Maximums wird durch m_{max} angegeben. λ_{max} beschreibt die Wellenlänge die bei der Ordnung des Maximums gemessen wurde. Die Brechzahl von ta-C wird mit n_1 beschrieben.

4.3.3 Digital Mikroskop

Das Digitalmikroskop der Firma Keyence (VHX 100Series) wird für Oberflächenaufnahme der Schichten genutzt. Dafür kann eine 20 – 5000-fache Vergrößerung eingestellt werden.

4.3.4 Rasterelektronenmikroskop

Durch ein Rasterelektronenmikroskop (REM) der Firma Jeol mit der Typbezeichnung JSM 6600 können Oberflächentopografien aufgenommen werden. Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird ein fokussierter Elektronenstrahl auf die zu untersuchende Oberfläche beschleunigt. Die Oberfläche, der evakuierten Probe, wird von dem Elektronenstrahl abgerastert. Zeitgleich zu dem Abrastern werden emittierte Elektronen detektiert. Die detektierten Elektronen setzen sich aus Sekundärelektronen und zurückgestreuten Primärelektronen zusammen. Über die Intensität der Elektronen kann eine Abbildung der Oberflächentopografie konstruiert werden.

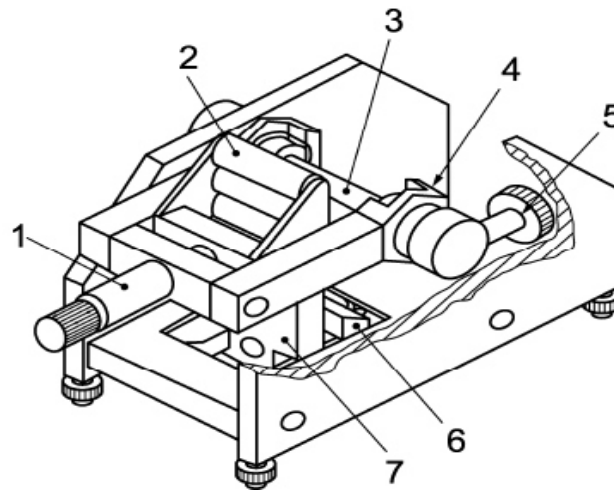
Neben der Abbildung der Oberflächentopografie kann auch die chemische Zusammensetzung der evakuierten Probe bestimmt werden. Dies geschieht durch energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX). Bei einer EDX-Messung werden Elektronen auf die Probenoberfläche beschleunigt und die Atome angeregt. Wenn das Atom sich wieder „abregt“, wird eine charakteristische Röntgenstrahlung emittiert. Die charakteristische Röntgenstrahlung wird mittels Detektor detektiert und ausgewertet. Die EDX-Untersuchungen sollen Aufschluss auf den Stickstoffgehalt einer ta-C Schicht geben.

4.3.5 Härtemessgerät

Um die Härte einer Schicht zu bestimmen wird ein Mikrohärtemessgerät der Firma ASMEC genutzt. Die Härtemessung läuft nach dem Prüfverfahren von Berkovich ab. Hierbei wird regelmäßiger, dreiseitiger Diamantindenter, der eine Pyramidenform besitzt, senkrecht in die Schichtoberfläche gedrückt. Während der Messung erhöht das Messgerät kontinuierlich die Kraft bis zu einer angegebenen Maximalkraft. Nach dem Erreichen der Maximalkraft wird die Kraft wieder kontinuierlich verringert. Über die Maximalkraft und Eindringtiefe des Indenters in die Schicht wird die Härte der Schicht bestimmt. Neben der Härte misst das Messgerät den Elastizitätsmodul. Dafür oszilliert der Indenter bei unterschiedlichen Kräften und verformt die Schicht elastisch. Das Messverfahren ist sehr anfällig auf äußere Einflüsse. Hierzu zählen Vibrationen und Temperaturänderungen. Diese wirken sich besonders bei geringen Maximalkräften stark aus. Zudem kann das Substrat eine verfälschende Wirkung haben. Damit der Einfluss des Substrates gering ist, sollte der Indenter nicht tiefer als $1/10$ der Schichtdicke eindringen.

4.4 Prüfverfahren

4.4.1 Biegeprüfgerät Typ2



Legende

- 1 Schraubgriff
- 2 Biegestück
- 3 Dorn
- 4 Dornlager
- 5 Stellschraube
- 6 Klemmbacke
- 7 Drucklager

Abbildung 10: Schematische Darstellung Biegetest

Der Biegeversuch wird mit einem Biegeprüfgerät Typ 2 nach DIN EN ISO 1519 durchgeführt. Mit diesem Prüfgerät können metallische Proben mit einer maximalen Dicke von einem Millimeter gebogen werden.

Gemäß der DIN wird die Biegeprobe zwischen der Klemmbacke (6) und dem Drucklager (7) sowie dem Biegestück (2) und dem Dorn (3) so eingesetzt, dass die beschichtete Seite von dem Dorn abgewandt ist. Mit Hilfe der Stellschraube (5) wird die Probe eingeklemmt, sodass diese senkrecht an dem Dorn anliegt. Das Biegestück kann mit Hilfe des Schraubgriffes (1) soweit verschoben werden, bis dieses die Beschichtung berührt. Die Biegung wird bei gleichbleibender Geschwindigkeit innerhalb von ein bis zwei Sekunden durchgeführt [9].

4.5 Verwendete Substrate

Für die Bestimmung des Stickstoffgehaltes bei unterschiedlichen Partialrücken und Bestimmung der Schichtspannung kommen 650 μm Siliziumsubstrate zum Einsatz. Die Siliziumsubstrate besitzen eine [111] Orientierung und sind 1 cm breit sowie 3,5 cm lang. Die Oberflächenrauigkeit der Substrate liegt bei <10 nm. Die Siliziumsubstrate werden vor dem Einbau in den Rezipienten mit Ethanol gereinigt. Um die Härte der Schichten mit bestimmtem Stickstoffgehalt zu messen, werden Hartmetallsubstrate (Wolframcarbid WC) verwendet. Die Hartmetallsubstrate haben unbeschichtet eine Härte von ca. 20 GPa.

Für die Untersuchung des Verhaltens von ta-C Schichten auf Biegebeanspruchung werden Stahlproben verwendet. Die Stahlproben sind 1 mm dick und besitzen eine Abmaße von 15x3 cm. Die Biegeproben werden vor der Beschichtung per Hand poliert, sodass die Oberflächenrauigkeit von mehreren hundert Nanometer auf unter 100 nm reduziert wird. Rauigkeiten von mehr als 100 nm erschweren das homogene Abscheiden einer ta-C Schicht.

Für die Verschleißuntersuchungen von Fräsern werden Schaftfräser mit einem Durchmesser von 6 mm verwendet. Um die Fräser gleichmäßig zu beschichten, werden diese in einem Winkel von ca. 45° zum Target in den Rezipienten eingebaut.

Die WC-Substrate, Biegeproben und Fräser werden zusätzlich zu der Reinigung mit Ethanol durch ein Ultraschallbad gereinigt.

5 Stickstoffdotierung von ta-C Schichten

Im nachfolgenden Kapitel wird der Stickstoffgehalt in Abhängigkeit des Partialdruckes und dessen Einfluss auf die mechanischen bzw. optischen Eigenschaften der abgeschiedenen Schicht untersucht. Dafür wird zunächst der zu erwartende Stickstoffgehalt einer Schicht abgeschätzt. Die Abschätzung dient als Grundlage für die Herstellung von Siliziumproben mit Mehrschichtsystemen. Dessen Schichtspannungen werden mit denen von Siliziumproben mit kontinuierlicher Stickstoffdotierung verglichen. Entsprechend des Vergleichs werden Hartmetallsubstrate für Härte- und Elastizitätsmodulmessungen beschichtet. Die Beschichtung erfolgt mit einer Fluenz von $13,5 \text{ mJ/cm}^2$ und 50 Hz. Für eine 100 nm dicke ta-C Schicht werden 135 s benötigt. Das Substrat rotiert mit 80 U/min. Die Dotierung der Schichten mit Stickstoff wird parallel zu der Beschichtung mit der Kaufmannionenquelle durchgeführt.

5.1 Abschätzung des Stickstoffgehaltes

Für die Abschätzung des Stickstoffgehaltes in einer ta-C Schicht wurde in einer vorangegangenen Arbeit der Ionenstrom bei unterschiedlichen Einstellungen der Ionenquelle aufgenommen. Aus den Ionenströmen wurde wiederum die Ionenstromdichte berechnet. Die Ergebnisse sind dem Anhang beigelegt. Es wird die Bedingung gestellt, dass nahezu alle Teilchen im Ionenstrahl ionisiert wurden. Diese Bedingung ist notwendig, weil auch unionisierte Teilchen, die in der Berechnung nicht berücksichtigt werden können, sich in die Schicht einbauen. Für die Abschätzung wird zunächst die Anzahl der Kohlenstoffteilchen pro Zeit und Fläche berechnet, die auf dem Substrat auftreten.

Dafür wird die Masse einer ta-C Schicht berechnet (5). Mit Hilfe der Masse und der molaren Masse von Kohlenstoff wird die Stoffmenge berechnet (6). Die Stoffmenge wird mit der Avogadro-Konstante multipliziert und dadurch die Teilchenzahl berechnet (7).

$$m = \rho * b * l * d \quad (5)$$

$$n = \frac{m}{M} \quad (6)$$

$$N = N_A * n \quad (7)$$

Aus den drei Formeln ergibt sich dann folgende Formel für die Kohlenstoffteilchenzahl:

$$N = \frac{N_A * \rho * l * b * d}{M} \quad (8)$$

Für die Vergleichbarkeit wird die Teilchenzahl pro Zeit und Fläche berechnet. Diese Größe wird mit L bezeichnet.

$$\frac{N}{l * b * t} = L = \frac{N_A * \rho * d}{M * t} \quad (9)$$

m – Masse einer ta – C Schicht mit bestimmten Abmaßen

ρ – Dichte von Kohlenstoff

b – Breite der ta – C Schicht

l – Länge der ta – C Schicht

d – Dicke der ta – C Schicht

n – Stoffmenge

M – molare Masse

N – Anzahl von Stickstoffteilchen

N_A – Avogadrokonstante

L – Kohlenstoffteilchen pro Zeit und Fläche

t – Zeit

Die Anzahl der Stickstoffionen pro Zeit und Fläche wird über die Ionenstromdichte und die Elementarladung berechnet. Da Stickstoff in elementarer Form nur als zweiatomiges Molekül vorkommt, wird die Formel um den Faktor zwei ergänzt.

$$L_I = 2 * \frac{I}{A * e} \quad (10)$$

L_I – Anzahl der Ionen pro Zeit und Fläche

I – Ionenstrom

A – Fläche des Ionenstrommessgerätes

e – Elementarladung

Der prozentuale Stickstoffgehalt wird über das Verhältnis R von Stickstoffionen zu Kohlenstoffteilchen pro Zeit und Fläche bestimmt.

$$R = \frac{L_I}{L} \quad (11)$$

Das Verhältnis gilt bei gleicher Dauer von Beschichtung und Ionenbeschuss. Sind die Zeiten unterschiedlich, wie bei den Multilayer, dann muss die Formel um einen Zeitfaktor erweitert werden.

$$R = \frac{L_I * t_I}{L * t} \quad (12)$$

5.2 ta-C / ta-C:N Mehrschichtsystem

Der schematische Aufbau einer Mehrschichtsystem-Probe ist in der Abbildung 11 dargestellt. Die Schicht besteht aus zwei reinen ta-C Schichten, zwischen denen sich mittig eine stickstoffdotierte ta-C Schicht (ta-C:N) befindet. Die Dicke der einzelnen Schichten sowie der Stickstoffgehalt der ta-C:N Schicht variiert und wird über die Einschaltdauer (0 - 55 s) der Ionenquelle während der Beschichtung realisiert. Das Mehrschichtsystem besitzt eine Gesamtdicke von 100 nm. Die Einstellungen der Ionenquelle sind in der Tabelle 4 aufgeführt.

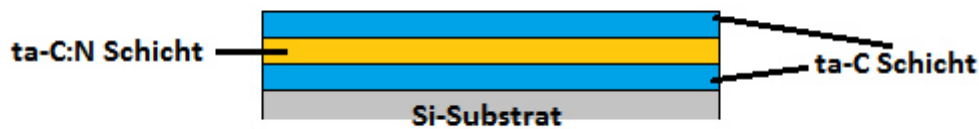


Abbildung 11: Schematischer Aufbau einer Mehrschicht-Probe

Tabelle 4: Einstellungen der Ionenquelle und Durchflussregler bei Mehrschichtsystemen

| | |
|--|---------------------|
| Ionenenergie in eV | 500 |
| Kathodenstrom in A | 8,5 |
| Entladungsspannung in V | 45 |
| Einschaltdauer t_i pro 100 nm Schicht in s | variabel |
| Partialdruck in mbar (Durchfluss in 4sccm) | $7,6 \cdot 10^{-4}$ |

Der Stickstoffgehalt des Mehrschichtsystems wurde mit einer EDX-Untersuchung gemessen. Die gemessenen Stickstoffgehalte R_{mess} und die berechneten Stickstoffgehalte R_{ber} sowie das Verhältnis dieser beiden Werte sind in der Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Berechneter und gemessener Stickstoffgehalt von Multilayer-Proben mit einer Schichtdicke von 100 nm bei unterschiedlichen Einschaltdauern t_i der Ionenquelle

| t_i in s | R_{ber} in % | R_{mess} in % | R_{ber}/R_{mess} |
|--------------|----------------|-----------------|--------------------|
| 0 (Referenz) | 0 | 0 | |
| 10 | 1,02 | 3,4 | 0,3 |
| 20 | 2,04 | 5,2 | 0,4 |
| 30 | 3,06 | 5,0 | 0,61 |
| 40 | 4,08 | 6,3 | 0,65 |
| 50 | 5,1 | 7,7 | 0,67 |
| 55 | 5,61 | 8,3 | 0,68 |

Das Verhältnis spiegelt die Genauigkeit der Hochrechnung wieder. Bei Einschaltdauern von 10 s bzw. 20 s sind starke Abweichungen zwischen berechnetem und gemessenem Stickstoffgehalt zu registrieren. Bei längeren Einschaltdauern verbessert sich das Verhältnis und geht gegen einen Wert von 0,68.

Der Stickstoffgehalt und die Schichtspannung in Abhängigkeit von der Einschaltdauer der Ionenquelle sind in der Tabelle 6 und der Abbildung 12 dargestellt. Die Schichtspannungen wurden mit der Durchbiegung des Substrates vor und nach der Beschichtung über die Formeln (1) und (2) bestimmt.

Tabelle 6: Schichtspannung und Stickstoffgehalt von Mehrschichtsystemen mit einer Gesamtdicke von 100 nm bei unterschiedlichen Einschaltzeiten der Ionenquelle t_i

| t_i in s | R_{mess} in % | Durchbiegung in nm | | Schichtspannung in GPa |
|-------------|------------------------|--------------------|---------|------------------------|
| | | Vorher | Nachher | |
| 0(Referenz) | 0 | 377 | 2600 | 7,82 |
| 10 | 3,4 | 167 | 2160 | 7,01 |
| 20 | 5,2 | 97 | 1900 | 6,34 |
| 30 | 5,0 | 193 | 2100 | 6,70 |
| 40 | 6,3 | 247 | 2030 | 6,27 |
| 50 | 7,7 | 236 | 2000 | 6,20 |
| 55 | 8,3 | 127 | 1660 | 5,39 |

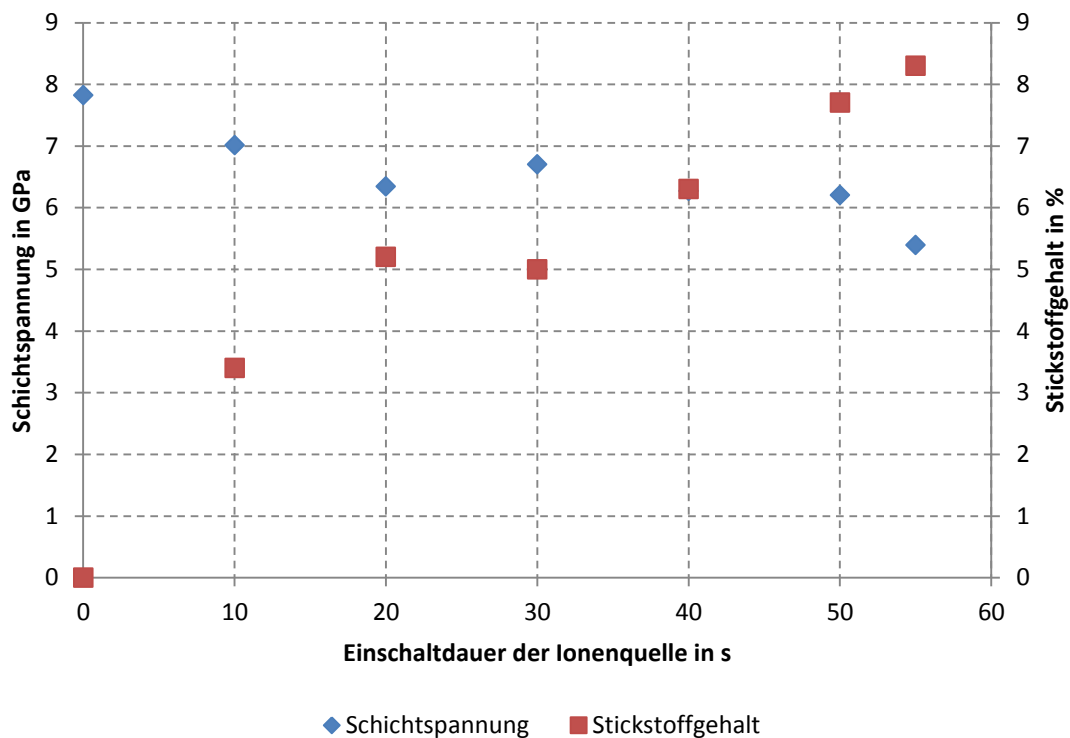


Abbildung 12: Schichtspannung und Stickstoffgehalt in Abhängigkeit der Ionenbeschussdauer

Bei zunehmender Einschaltdauer der Ionenquelle steigt der Stickstoffgehalt der Schicht nahezu stetig an. Ab einer Einschaltdauer von 30 s ist dieser Anstieg gut linear. Unterhalb von 30 s ist keine Abhängigkeit zu erkennen. Die Schichtspannung weist einen fallenden Trend bei steigendem Stickstoffgehalt auf.

Es lässt sich somit festhalten, dass die Dotierung einer ta-C Schicht mit Stickstoff durch eine Kaufmannionenquelle realisiert werden kann und sich der eingebaute Stickstoff positiv auf die Schichtspannungsreduzierung auswirkt. In den Untersuchungen wurde, durch die Mehrschichtsysteme mit einer Gesamtdicke von 100 nm, eine Spannungsreduzierung von 31 % bei einer Einschaltdauer der Ionenquelle von 55 s erzielt. Durch das lineare Verhalten des Stickstoffgehaltes bei Einschaltdauern >30 s lässt sich der eingebaute Stickstoffgehalt gut abschätzen und reproduzierbare Schichten erstellt werden.

5.3 Durchgängige ta-C:N Schichten

Die kontinuierlichen ta-C:N Schichten (Abbildung 13) besitzen eine Dicke von 100 nm bzw. 200 und 300 nm. Der Stickstoffgehalt wurde über den Partialdruck (Durchfluss) variiert. Dieser liegt im Bereich von $7,6 \cdot 10^{-4} - 9 \cdot 10^{-5}$ mbar (Durchfluss 0,1 – 4,4 sccm). Die Ionenquelle bleibt über die gesamte Dauer der Beschichtung eingeschaltet. Die Einstellungen der Ionenquelle sind in der Tabelle 7 aufgeführt.

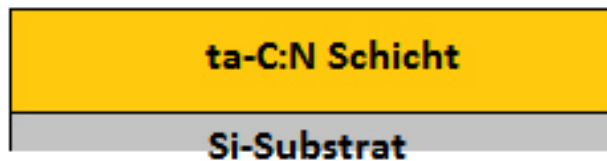


Abbildung 13: Schematischer Aufbau einer kontinuierlichen ta-C:N Schicht

Tabelle 7: Einstellungen der Ionenquelle und Durchflussregler bei kontinuierlichen ta-C:N Schichten

| | |
|--|----------|
| Ionenenergie in eV | 300 |
| Kathodenstrom in A | 5,5 |
| Entladungsspannung in V | 45 |
| Einschaltdauer t_i pro 100 nm Schicht in s | 135 |
| Partialdruck in mbar (Durchfluss in 4 sccm) | variabel |

Der Stickstoffgehalt und die Schichtspannung in Abhängigkeit von dem Partialdruck sind in der Tabelle 8 und der Abbildung 14 dargestellt.

Tabelle 8: Stickstoffgehalt und Schichtspannung von durchgängigen ta-C:N Proben

| Partialdruck in $\cdot 10^{-4}$ mbar (Durchfluss in 4 sccm) | Schichtdicke in nm | R _{mess} in % | Schichtspannung in GPa |
|--|-----------------------|------------------------|------------------------|
| 0 (Referenz) | 100 | 0 | 7,82 |
| 7,6 (4) | 100 | 3,64 | 0 |
| 5,9 (3) | 100 | 3,92 | 0 |
| 4,2 (2) | 100 | 2,26 | 3 |
| 2,5 (1) | 100 | 3,75 | 4,57 |
| 1,6 (0,5) | 100 | 0,66 | 6 |
| 0,9 (0,1) | 100 | 0 (nicht messbar) | 7,1 |
| 7,6 (4) | 200 | 2,67 | 5,7 |
| 7,6 (4) | 300 | 0,97 | 5,9 |

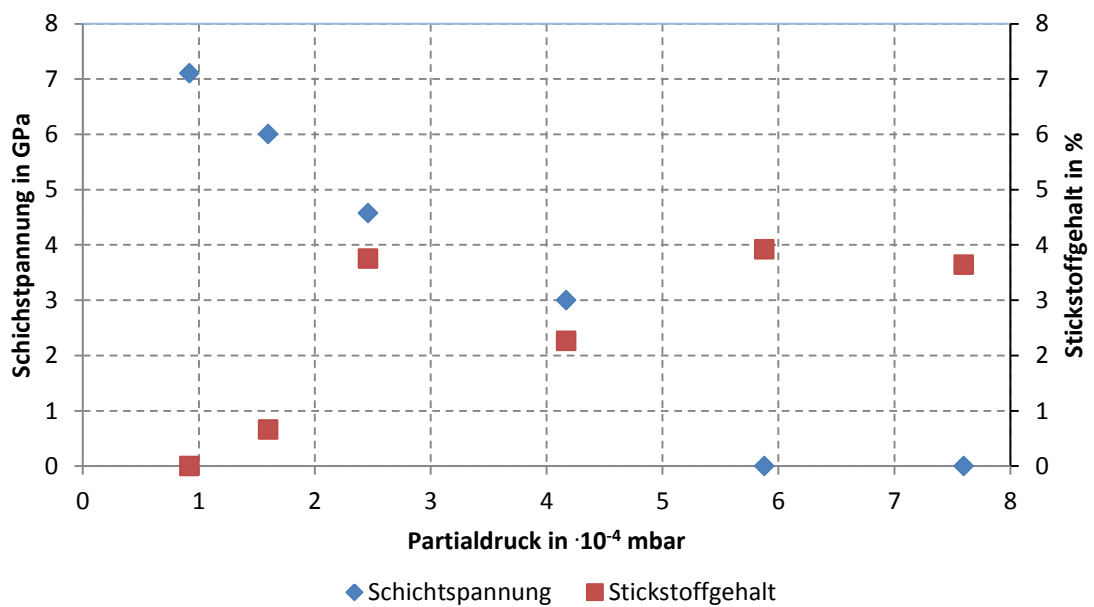


Abbildung 14: Schichtspannung und Stickstoffgehalt in Abhängigkeit vom Partialdruck

Die EDX-Messungen lieferten die Stickstoffgehalte der Schicht. Dabei zeigt sich, dass der Stickstoffgehalt im Allgemeinen mit dem Partialdruck ansteigt. Wie bei den Mehrschichtsystemen resultiert aus der Zunahme des Stickstoffgehaltes eine Reduzierung der Schichtspannung. Die Schichtspannung nimmt bis zur Spannungsfreiheit nahezu linear mit steigendem Partialdruck ab. Die Spannungsfreiheit, bei einer 100 nm dicken Schicht, wird ab einen Dotierungsgrad von ca. 4 % erreicht. Dickere ta-C:N Schichten, die bei den spannungsfreien Parametern abgeschieden wurden, weisen wieder Schichtspannungen und von den Erwartungen abweichende Stickstoffgehalte auf.

Der Vergleich der Ergebnisse mit denen der Mehrschichtsystemproben zeigt, dass bei kontinuierlichen ta-C:N Schichten ein geringerer Dotierungsgrad benötigt wird, um eine höhere Spannungsreduzierung zu erreichen. Mehrschichtsystem bietet den Vorteil, dass der Stickstoffgehalt bei Einschaltdauern >30 s genauer vorhergesagt werden kann. Allerdings ist die resultierende Schichtspannung schwer vorherzubestimmen. Im Gegensatz dazu bieten kontinuierliche ta-C:N Schichten den Vorteil, dass die Schichtspannung sich nahezu linear verhält. Allerdings ist hier die Stickstoffkonzentration schwieriger vorherzusagen.

Die im Dotierungsgrad unterschiedlichen ta-C:N Schichten wurden weiterhin mit einem Photospektrometer auf ihre Transparenz im Bereich von 280 – 900 nm untersucht (Abbildung 15). Dabei ist der Trend zu erkennen, dass die ta-C:N Schicht mit steigendem Dotierungsgrad undurchsichtiger wird. Durch den Stickstoff bekommen die Schichten eine gelbgoldene Verfärbung. Die Schicht, die bei einem Partialdruck von $2,5 \cdot 10^{-4}$ mbar abgeschieden wurde, sticht bei der Messung hervor.

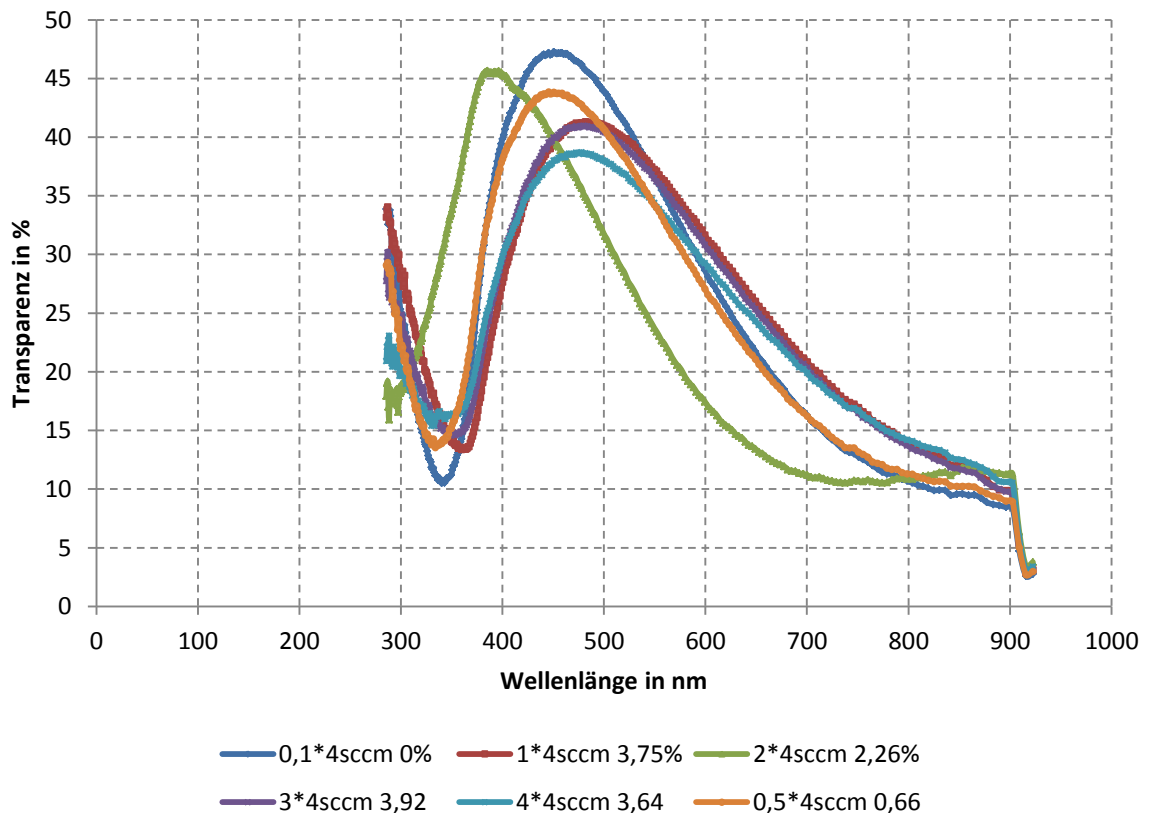


Abbildung 15: Transmissionsgrad in Abhängigkeit der Wellenlänge bei unterschiedlichen Dotierungsgraden

5.4 Ta-C:N beschichtete Hartmetallproben

Nachdem der Stickstoffgehalt der Schicht bei unterschiedlichen Partialdrücken ermittelt und dessen Auswirkungen auf die Schichtspannung ermittelt wurde, wurden Hartmetallproben mit 2 µm dicken ta-C:N Schichten beschichtet, um die Auswirkungen des Stickstoffes auf die Härte der Schichten zu bestimmen. Die Proben wurden bei einem Partialdruck von $7,6 \cdot 10^{-4}$ mbar und $4,6 \cdot 10^{-4}$ mbar beschichtet. Bei diesen Partialdrücken hat der Stickstoffanteil bei hundert Nanometer dicken Schichten eine gute Spannungsreduzierung in der Schicht bewirkt. Die erhaltenen Härtewerte werden mit einer 2 µm dicken ta-C Schicht ohne Stickstoff gegenübergestellt. Der Elastizitätsmodul der Schichten wird ebenso während der Messung bestimmt und mit der Referenzprobe gegenübergestellt. Die Messwerte sind in der Tabelle 9 angegeben.

Tabelle 9: Härte und Elastizitätsmodul von Proben mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt

| Partialdruck in mbar | Stickstoffgehalt in % | Kraft in mN | Härte in GPa | Elastizitätsmodul in GPa |
|---|-----------------------|-------------|-----------------|--------------------------|
| $7,6 \cdot 10^{-4}$ | 5,63 | 75 | $39,5 \pm 5,1$ | $614,6 \pm 68,9$ |
| | | 50 | $43,7 \pm 6,7$ | $623,4 \pm 77,7$ |
| | | 25 | $34,7 \pm 8,0$ | $665,2 \pm 128,0$ |
| $4,6 \cdot 10^{-4}$ | 4,5 | 75 | $43 \pm 4,2$ | $677,5 \pm 56,72$ |
| | | 50 | $43,3 \pm 3,5$ | $656,4 \pm 43,8$ |
| | | 25 | $39,5 \pm 10,7$ | $690,7 \pm 149,7$ |
| Kein Stickstoff Resgasdruck $< 5 \cdot 10^{-6}$ | 0 | 75 | $45 \pm 5,7$ | $615,3 \pm 64,1$ |
| | | 50 | $41,7 \pm 14,3$ | $597,3 \pm 164,44$ |
| | | 25 | 43 ± 12 | $672,8 \pm 149,7$ |

Die ta-C:N Schicht mit einem Stickstoffgehalt von 5,63 % besitzt die geringste Härte der untersuchten Schichten (Abbildung 16). Wird der Stickstoffgehalt reduziert, steigt die Härte minimal an und erreicht ähnliche Werte, wie die Referenzprobe ohne Stickstoff. Die Referenzprobe ist geringfügig härter, als die ta-C:N Schicht mit 4,5 % Stickstoff. Der Elastizitätsmodul (Abbildung 17) ist bei einem geringen Anteil von Stickstoff größer, als bei der Referenzprobe bzw. der Probe mit 5,63 % Stickstoff. Die Referenzprobe besitzt einen ähnlichen Elastizitätsmodul, wie die ta-C Schicht mit 4,5 % Stickstoff.

Die Ergebnisse decken sich mit den Aussagen aus Kapitel 3.2. Bei diesen steigt die Härte bzw. der Elastizitätsmodul der Schichten bei einem geringen Anteil von Stickstoff geringfügig an bzw. hält sich auf dem Niveau einer Schicht ohne Stickstoff.

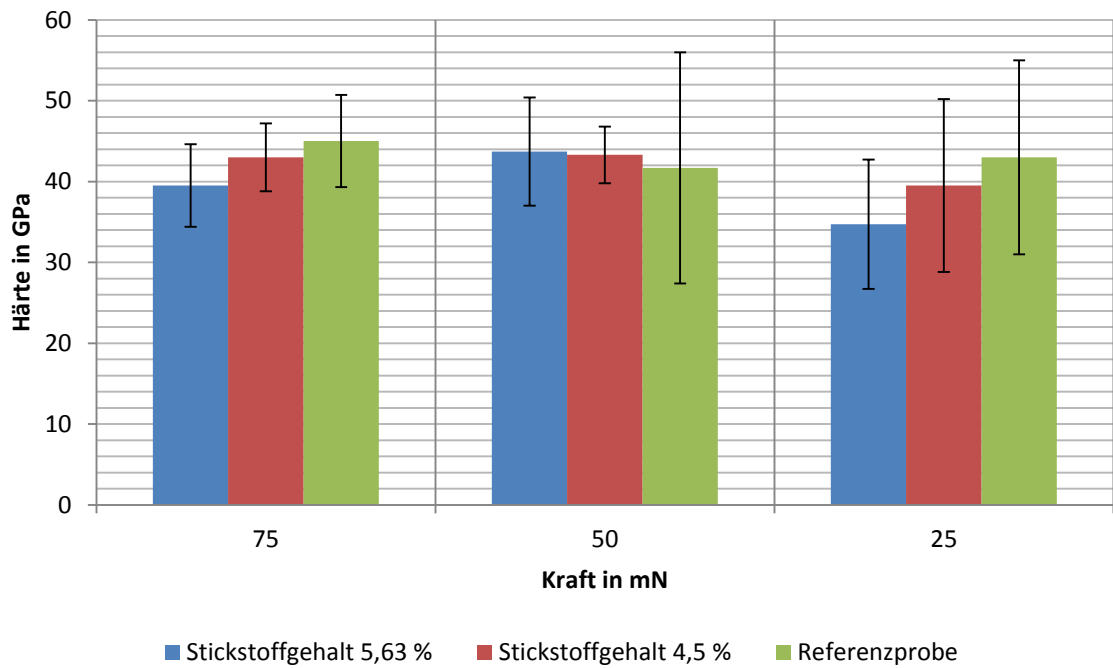


Abbildung 16: Vergleich der Härte von Schichten mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt bei unterschiedlichen Lasten

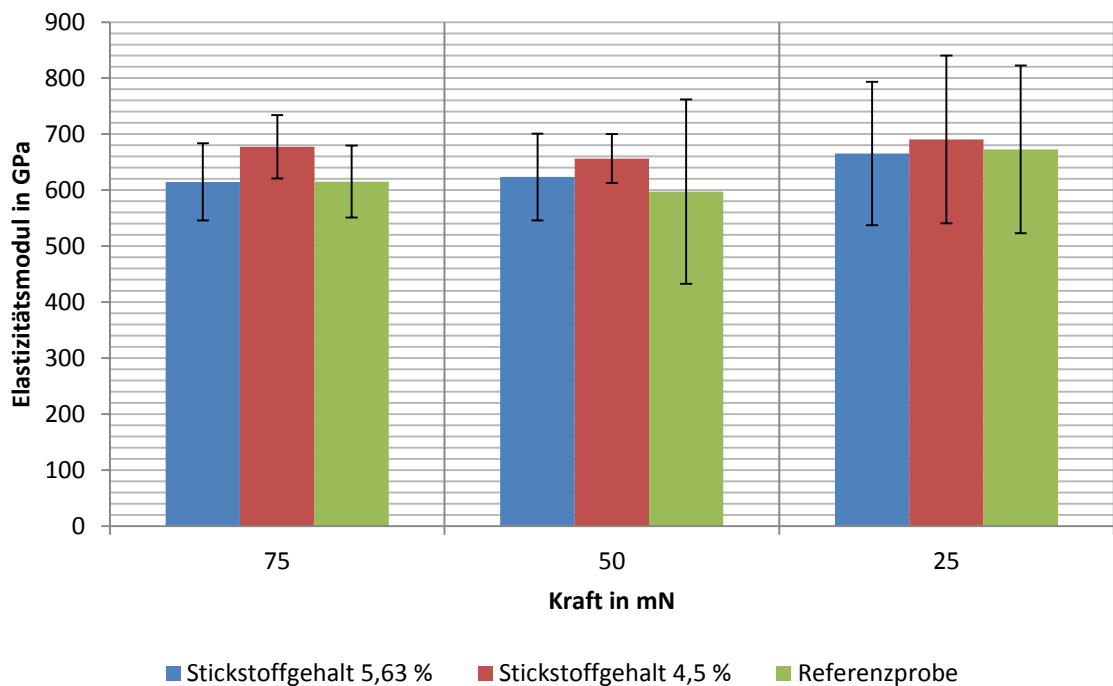


Abbildung 17: Vergleich des Elastizitätsmoduls von Schichten mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt bei unterschiedlichen Lasten

5.5 Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick

Durch den Beschuss mit Stickstoffionen mittels einer Kaufmannionenquelle ist es möglich ta-C Schichten zu dotieren. Die Schichtspannung verringert sich bei steigendem Dotierungsgrad. Bei Mehrschichtsystemen (Dicke 100 nm) konnte so im untersuchten Stickstoffbereich ($>8,3\%$) eine Reduzierung der Schichtspannung um 31% gegenüber der Referenzprobe erreicht werden. Kontinuierliche ta-C:N Schichten (Dicke 100 nm) benötigen eine geringere Dotierung, um die gleiche Spannungsreduzierung zu erreichen. Ab einem Dotierungsgrad von ca. 4% sind die kontinuierlichen ta-C:N Schichten spannungsfrei. Wird die ta-C:N Schicht dicker dimensioniert, dann steigt die Schichtspannung stärker an als die Spannungsreduzierung entgegen wirken kann. Somit wird bei dickeren Schichten ein höherer Dotierungsgrad benötigt, um die Schicht spannungsfrei zu gestalten. Die Härte verringert sich bei einem geringen Dotierungsgrad von ca. 6% minimal. Die Verringerung liegt im Bereich von $5 - 20\%$ und ist abhängig von den Lasten bei der Härtemessung. Der Elastizitätsmodul erhöht sich bei einem Dotierungsgrad von $4,5\%$ gegenüber der Referenzprobe. Die gemessene Erhöhung liegt bei bis zu 10% . Bei einem Dotierungsgrad von ca. 6% ist der Elastizitätsmodul gleich dem der Referenzprobe ohne Stickstoff. Ein unbeschichtetes Wolframcarbidsubstrat besitzt eine Härte von ca. 20 GPa . Durch die Beschichtung wurde im Allgemeinen eine Erhöhung der Härte um 100% erreicht.

Die Schichtspannungsreduzierung durch den Einbau von Stickstoff in ta-C Schichten ist möglich. Um die genaue Auswirkung des Stickstoffes bei höheren Dotierungsgraden und dickeren Schichten beurteilen zu können, müssen noch weitere Untersuchungen durchgeführt werden. Diese müssen speziell untersuchen, ab welchem Dotierungsgrad die Härte bzw. der Elastizitätsmodul rapide abnehmen. Zudem muss untersucht werden, ob eine erhöhte Dotierung auch bei dicken Schichten zu einer Spannungsfreiheit führen, ohne dass eine Graphitisierung der Schicht erfolgt.

6 Auswirkungen von Biegebeanspruchung auf ta-C beschichtete Stahlproben

Die Biegeproben sind mit einer 80 nm dicken WC-Haftschrift und einer 1,5 µm dicken ta-C Schicht beschichtet. Die Beschichtung wird ohne Substratdrehung durchgeführt und währenddessen wird die Schicht entspannt. Die beschichtete Probe wird in eine Biegevorrichtung Typ II eingespannt (siehe Punkt 4.2.1) und um einen Dorn mit bestimmten Durchmesser gebogen (2 mm). Dabei wird die Probe immer um 5° Grad gebogen und dann unter dem Keyence begutachtet, um festzustellen, ab welchem Biegewinkel ein Schichtversagen einsetzt. Das Schichtversagen tritt ein, wenn die Probe entweder Risse oder Abplatzungen bekommt. Das Ergebnis wird mit einer Biegeprobe, die um den gleichen Dorn gebogen wurde, verglichen. Die Vergleichsprobe wurde, gemäß DIN EN ISO 1519, innerhalb von 2 Sekunden in einem Zug komplett durchgebogen. Die Beschichtungsparameter sind in der Tabelle 10 aufgeführt.

Tabelle 10: Parameter für die Beschichtung der Biegeprobe

| Ablation | |
|------------------------------------|------------------|
| Fluenz in J/mm ² | 13,5 |
| Frequenz in Hz | 50 |
| Beschichtungsdauer pro 100 nm in s | 135 |
| Relaxation: | |
| Fluenz in mJ/cm ² | Schicht 1-3: 105 |
| | Schicht 4-15: 95 |
| Frequenz in Hz | 40 |
| Verfahrgeschwindigkeit in mm/s | 2,4 |

6.1 Ergebnisse des Biegetestes

Die Biegung der Probe wurde um einen 2 mm Dorn und in 5° Schritten durchgeführt.

Die Abbildung 18 zeigt die noch ungebogene Schichtoberfläche mit einer 500-fachen Vergrößerung. Die Oberfläche weist einige Kratzer auf, die sich von der Rauheit der Substratoberfläche abgezeichnet haben. Die Rauheit vor und nach der Beschichtung hat sich nicht verändert und liegt bei unter 100 nm.

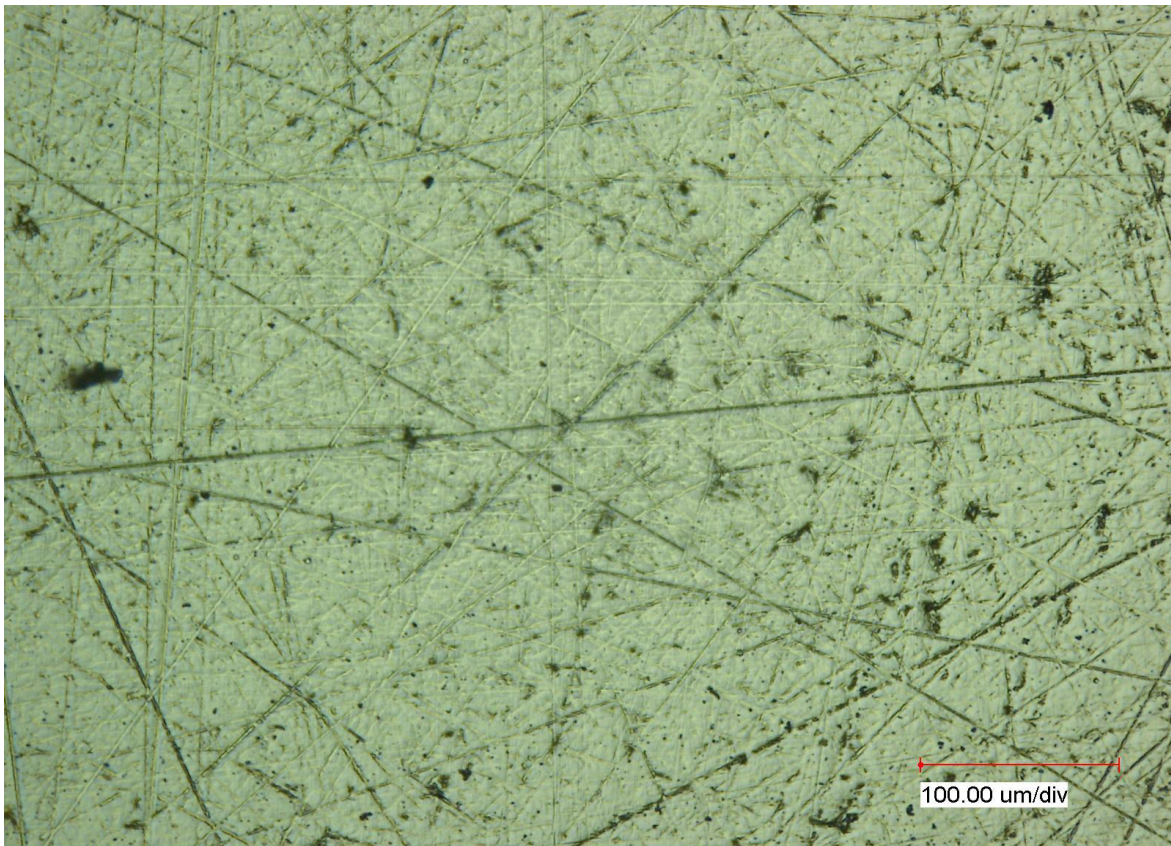


Abbildung 18: Oberflächenaufnahme der ungebogenen Biegeprobe mit 500-facher Vergrößerung

Bis zu einer Verbiegung um 40° bilden sich in der ta-C Schicht keine Risse oder Abplatzungen aus (Abbildung 19). Ab einem Verbiegungswinkel von 45° bilden sich die ersten Risse aus, die in der Abbildung 20 zu erkennen sind. Diese sind bei 50° ausgeprägter zu erkennen (Abbildung 21). Die Probe wurde bis 90° weiter in 5° Schritten gebogen und danach komplett gebogen. Nach der kompletten Biegung zeigen sich keine weiteren Veränderungen in Form von Abplatzungen an der Schicht.

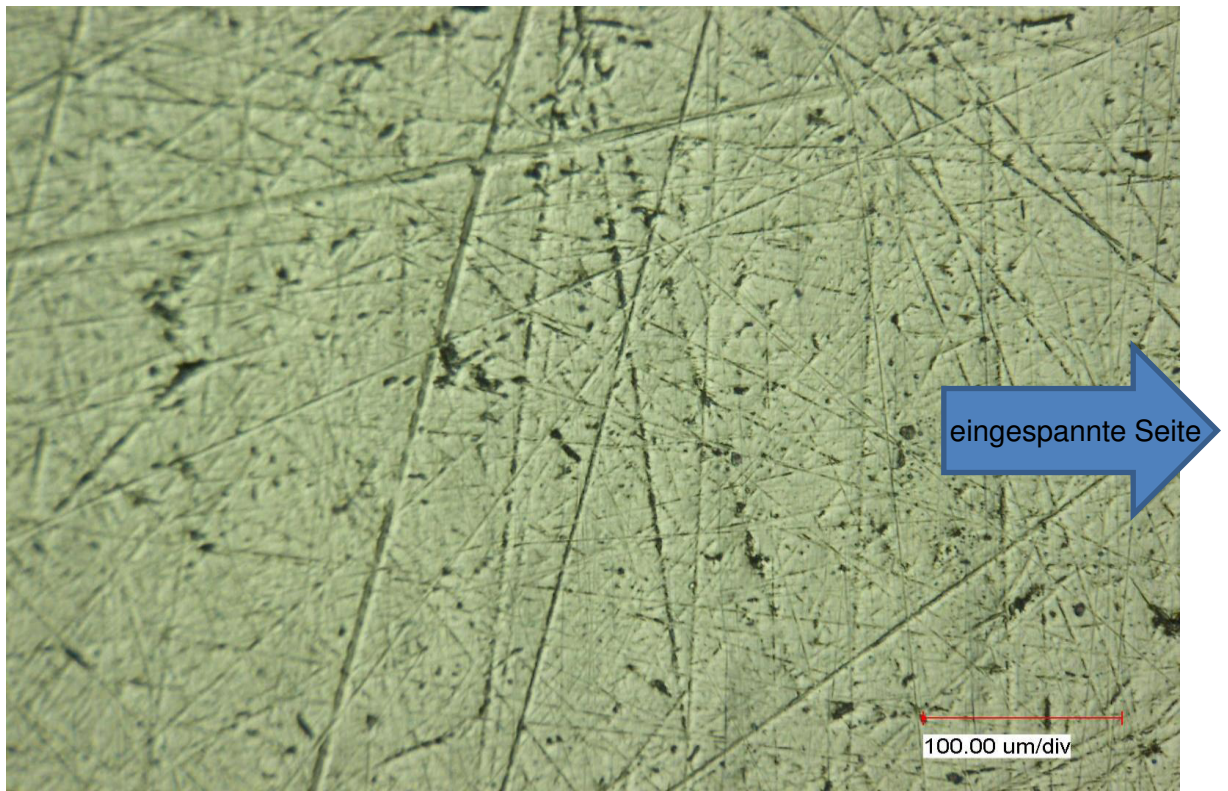


Abbildung 19: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 40° mit 500-facher Vergrößerung

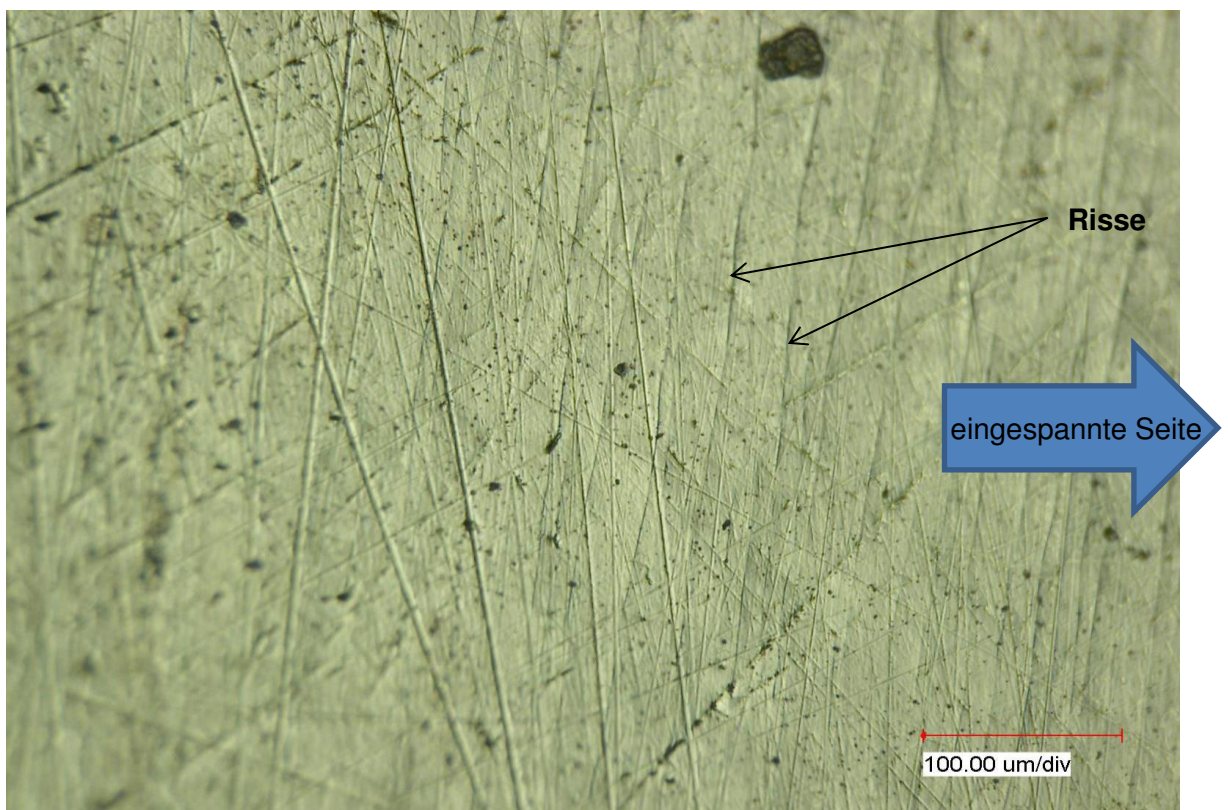


Abbildung 20: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 45° mit 500-facher Vergrößerung

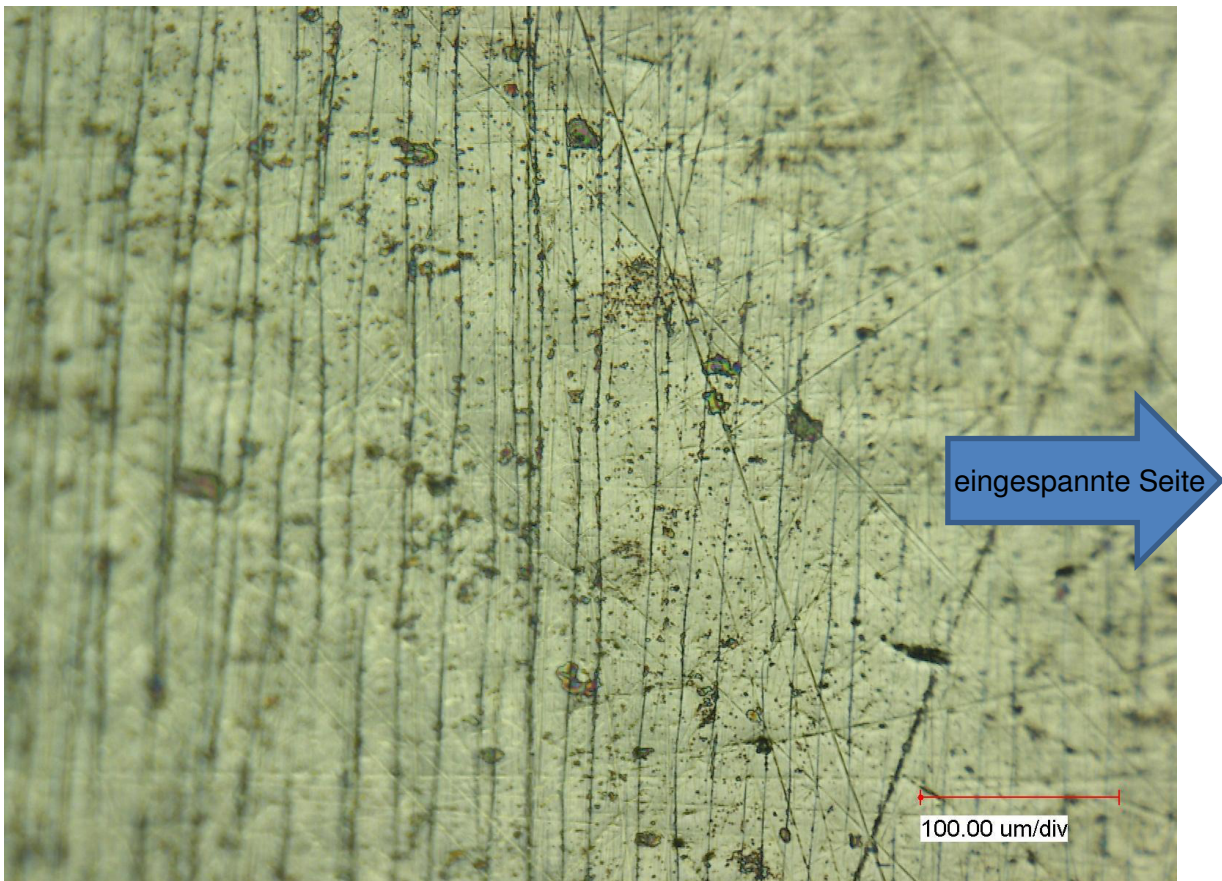


Abbildung 21: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 50° mit 500-facher und deutlicher Rissbildung

Als ein Biegewinkel von 90° erreicht wurde, ist die Probe komplett gebogen worden. Die Oberfläche dieser Probe (Abbildung 22) wurde mit einer anderen Biegeprobe verglichen, die um den gleichen Dorn und nach DIN EN ISO 1519 gebogen wurde (Abbildung 23). Der Vergleich zeigt, dass die nach Norm gebogene Biegeprobe neben der starken Rissbildung auch einige Abplatzungen aufweist. Hingegen zeigt die langsam gebogene Biegeprobe nur eine Rissbildung.

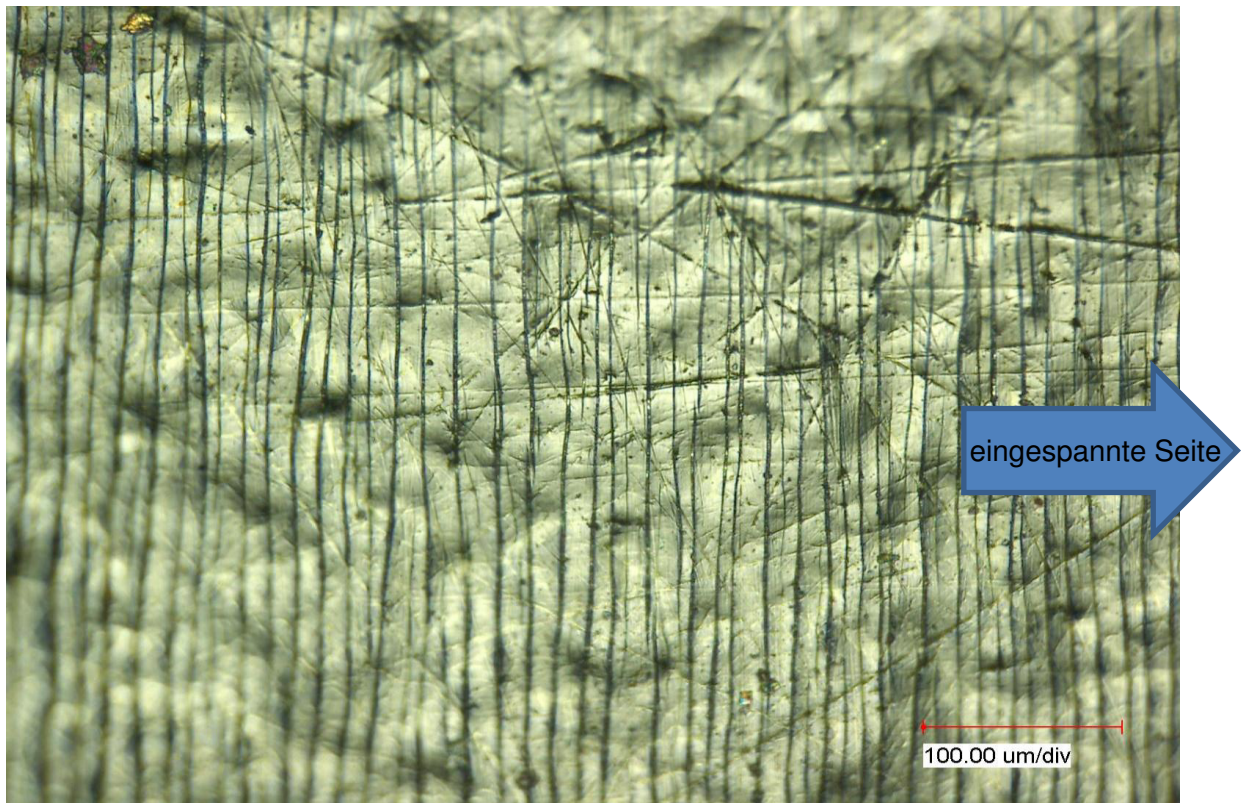


Abbildung 22: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei kompletter Biegung mit 500-facher und deutlicher Rissbildung

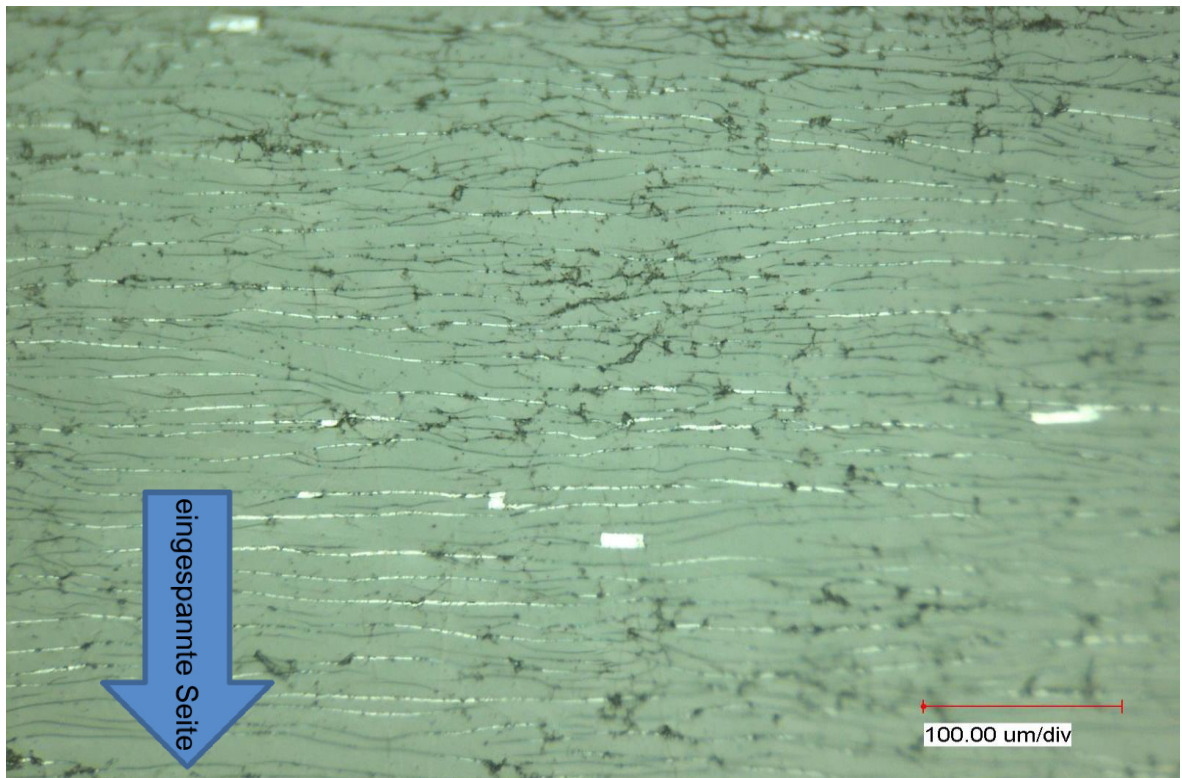


Abbildung 23: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe mit Biegung nach DIN EN ISO 1519 mit 500-facher Vergrößerung

6.2 Zusammenfassung und Ausblick

Die ta-C Beschichtung einer Biegeprobe versagt bei einem Biegewinkel von 45° . Bei diesem Winkel bilden sich Risse in der Schicht, aufgrund der geringen Elastizität der ta-C Schicht, aus. Um die Elastizität zu steigern kann in weiteren Versuchen die ta-C Schicht mit Stickstoff dotiert werden. Durch diese Maßnahmen könnte die Belastbarkeit der ta-C beschichteten Biegeprobe erhöht werden, so dass die Schicht stärker gebogen werden kann, ohne dass ein Schichtversagen einsetzt.

7 Mit ta-C beschichtete Schaftfräser

Im folgenden Kapitel sind Schaftfräser mit einem Durchmesser von 6 mm mittels PLD mit ta-C beschichtet worden. Ziel war es den Standweg der ta-C beschichteten Fräser mit unbeschichteten, mit TiN beschichteten und durch Laser-ARC-Verfahren beschichtete ta-C Fräser zu vergleichen. Die Untersuchungen wurden vom Herrn Robert Mütterlein im Rahmen seiner Masterarbeit bei den Elbe Flugzeugwerken in Dresden durchgeführt.

7.1 Beschichtung der Schaftfräser

Die Fräser wurden mit einer 320 nm dicken Wolframcarbidhaftschrift beschichtet, auf die wiederum eine 4 μm dicke ta-C Schicht abgeschieden wurde. Um eine gleichmäßige Beschichtung zu erzielen wurden die Fräser schräg zum Target in den Rezipienten eingebaut (Abbildung 24). Vor dem Einbau ist eine Reinigung mittels Ultraschallbad erfolgt. Nach dem Einbau und der Evakuierung des Rezipienten wurde der Fräser zusätzlich mit einem 5-minütigen Argonionenbeschuss gereinigt. Dies erfolgte bei einer Substratdrehung von 12 U/min. Anschließend sind die Schichten bei einer Frequenz von 50 Hz und einer Fluenz von 10,4 J/mm² über 9 Minuten (WC-Haftschrift) bzw. 64 Minuten (ta-C Schicht) abgeschieden worden. Es wurde keine Relaxation durchgeführt.



Abbildung 24: Lage des Fräasers innerhalb des Rezipienten

7.2 Ergebnisse der Standwegversuche [12]

Die Abbildung 25 zeigt die Ergebnisse der Untersuchung des Vorschubweges bei unterschiedlich beschichteten Fräsern. Im Vergleich zu den mit TiN beschichteten Fräsern haben die mittels PLD beschichteten ta-C Fräser einen 3-mal längeren Standweg. Die TiN Fräser haben einen Standweg von ca. 300 m. Hingegen erreichten ta-C Fräser einen Standweg von 900 m. Die mittels Laser-ARC beschichteten ta-C Fräser besitzen nur einen minimal geringeren Standweg als die mittels PLD beschichteten.

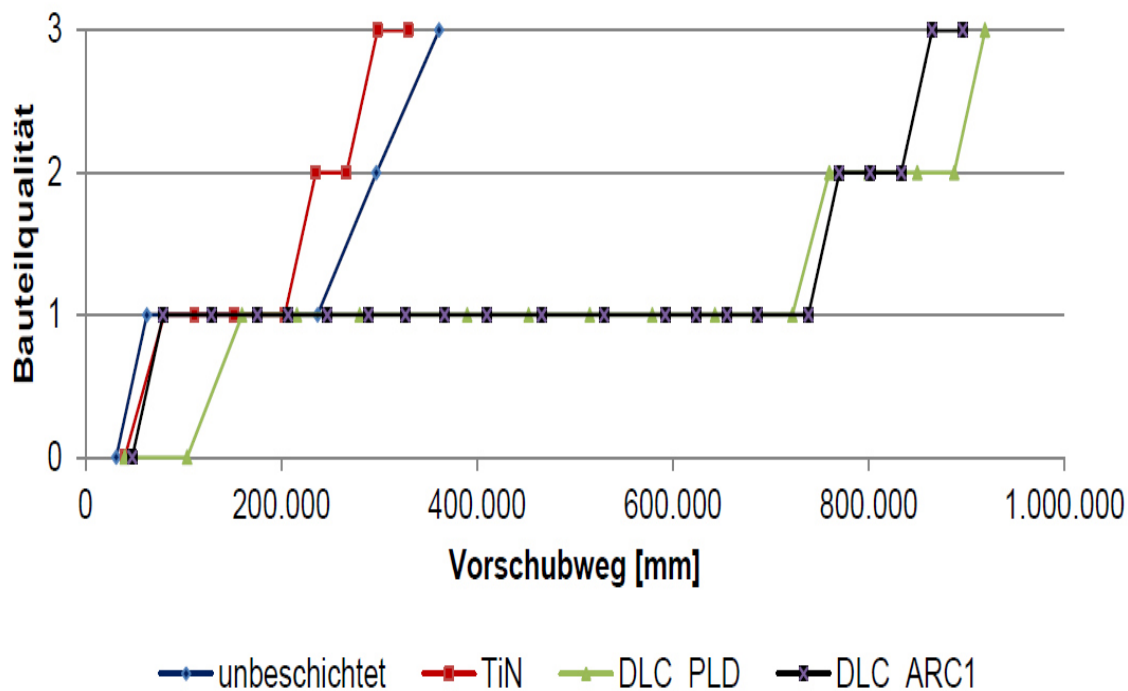


Abbildung 25: Ergebnisse der Untersuchung des Vorschubweges bei unterschiedlich beschichteten Fräsern [12]

Die ta-C beschichteten Fräser erzielten somit bei einem um Faktor 3 längeren Standweg die gleiche Bauteilqualität wie die TiN beschichteten Fräser bei einem Standweg von 300 m. Zudem werden die Spankammern wegen der geringen Reibungseigenschaften nicht mit Span zugesetzt. Das Zusetzen der Spankammern hätte einen Temperatur- und Kraftanstieg zur Folge.

Die Abbildung 26 zeigt den Vergleich der mit Laser-ARC und mit PLD beschichteten ta-C Fräser nach dem Erreichen der Standwegsgrenze.

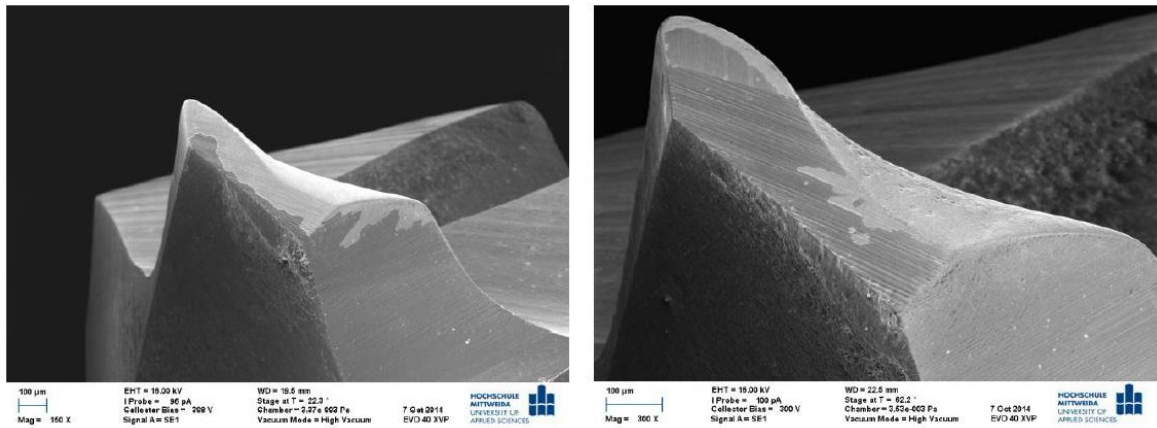


Abbildung 26: Vergleich der ta-C beschichteten Fräser nach Erreichen der Standwegsgrenze; links ARC; rechts PLD [12]

Durch das Abplatzen der Beschichtung, an der Werkzeugschneide, wird vermutet, dass es zum Erreichen der Standwegsgrenze kam.

7.3 Ausblick

Die sehr guten Ergebnisse der ta-C beschichteten Fräser könnten durch eine Anpassung der Prozessparameter noch verbessert werden. Zudem kann die Beschichtung durch eine Dotierung mit Stickstoff spannungsfreier abgeschieden werden, wodurch sich die Haftfestigkeit der Beschichtung und somit auch die Standzeit des Werkzeuges verbessern könnte.

Literaturverzeichnis

[1] VDI Richtlinie 2840. Kohlenstoffsichten. Grundlagen, Schichttypen und Eigenschaften, 11/2005.

[2] <http://home.arcor.de/ctornau/hybridorbitale.png>

[3] Vollhardt, K. P. C., Schore, N. E.: Organische Chemie - 3. Aufl. Weinheim: Wiley-VCHVerlag, 2000.

[4] Ohr, R.-C.: Analytische und funktionale Charakterisierung von ultradünnen kohlenstoffbasierten Schichten in der Magnetspeichertechnologie. – 2003. – 118 S., Mainz, Universität, Fachbereich für Physik, Dissertation, 2003.

[5] E. Liu, et.al: The effect of nitrogen on the mechanical properties of tetrahedral amorphous carbon films deposited with a filtered cathodic vacuum arc, Surface and Coatings Technology 120-121 (1999)

[6] http://laz.htwm.de/3_forschung/40_laserpvd/

[7] Surpuls Process Equipment Corp.; DEKTAK 3030; <http://www.specequipment.com/ccp1872-dektak-3030-surface-profiler-item0017.htm>; Zugriff am 14.12.2014

[8]

http://www.iws.fraunhofer.de/de/geschaeftsfelder/pvd_nanotechnologie/roentgen_euv-optik/technologien/charakterisierungsverfahren/stress-messplatz.html

[9] DIN EN ISO 1519, Beschichtungsstoffe - Dornbiegeversuch (zylindrischer Dorn), 2011

[10]

http://www.iws.fraunhofer.de/de/geschaeftsfelder/pvd_nanotechnologie/kohlenstoffschichten/grundlagen.html

[11] COHERENT Germany: User Manual LPXPro TM Series. – LP Part Number: 265870; Document Code: A0607LPXPro. - 07/2006 – S.319

-
- [12] Mütterlein, Robert: Entwicklung eines Managementsystems zur mechanischen Bearbeitung ebener Faserverbund-Sandwichpanels
- [13] <http://www.zps-fn.de/beschichtungen-auf-hss-fraser/>

Anlagen

A1. Einstellung der Relaxation.....A-I

A2. Oberflächenbilder der Biegeprobe..... A-III

A1. Einstellung der Relaxation

Um eine Berechnung der Pulsanzahl, bei einer Pulsabmaße von 10x20 mm, auf einer Stelle zu berechnen, wird die eigentlich vorhandene Spirale in einzelne Kreise aufgeteilt. Für die Berechnung werden zunächst bei unterschiedlichen Radien die Winkel bestimmt, bei denen kein Pulsüberlapp mehr vorhanden ist. Abb

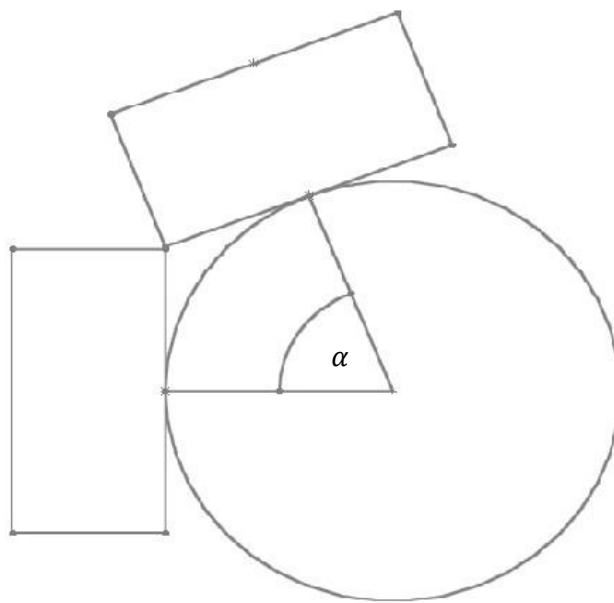


Abbildung A1. 1: Winkel bei dem kein Überlapp mehr vorhanden ist

Der Pulsüberlapp ist abhängig von dem Kreistradius, d.h. dem Abstand des Pulsrandes von der Drehachse der Probe, und der geometrischen Länge des Pulses. Diese Winkel werden als Grenzwinkel bezeichnet. Mittels Microsoft Excel wird aus den erhaltenen Grenzwinkeln eine Formel ermittelt. Wird der Grenzwinkel durch den Winkel θ_A dividiert, der zwischen zwei benachbarten Pulsen liegt, ergibt sich die Anzahl der Pulse, die sich überlappen Abb. Der Winkel zwischen zwei Pulsen ist abhängig von den Umdrehungen der Probe pro Minute und der Puls wiederholungsrate. Die Anzahl der Pulse werden aufsummiert. Die Anzahl der aufsummier-

ten Pulse ist abhängig von der Pulsbreite, der Umdrehungszahl und der Verfahrensgeschwindigkeit des Laserpulses.

$$\theta_A = \frac{360^\circ * U}{60 * f} \quad (\text{A 1})$$

$$m = \left\lfloor \frac{R * U}{v} \right\rfloor \quad (\text{A 2})$$

$$A = -0,0025 * \left(r - \left(\frac{60}{U} * v \right) * n \right)^3 \quad (\text{A 3})$$

$$B = 0,3329 * \left(r - \left(\frac{60}{U} * v \right) * n \right)^2 \quad (\text{A 4})$$

$$C = -11,645 * \left(r - \left(\frac{60}{U} * v \right) * n \right) + 174,66 \quad (\text{A 5})$$

$$P_{Anzahl} = 2 * \sum_{n=0}^m \frac{A + B + C}{\theta_A} \quad (\text{A 6})$$

A2. Oberflächenbilder der Biegeprobe

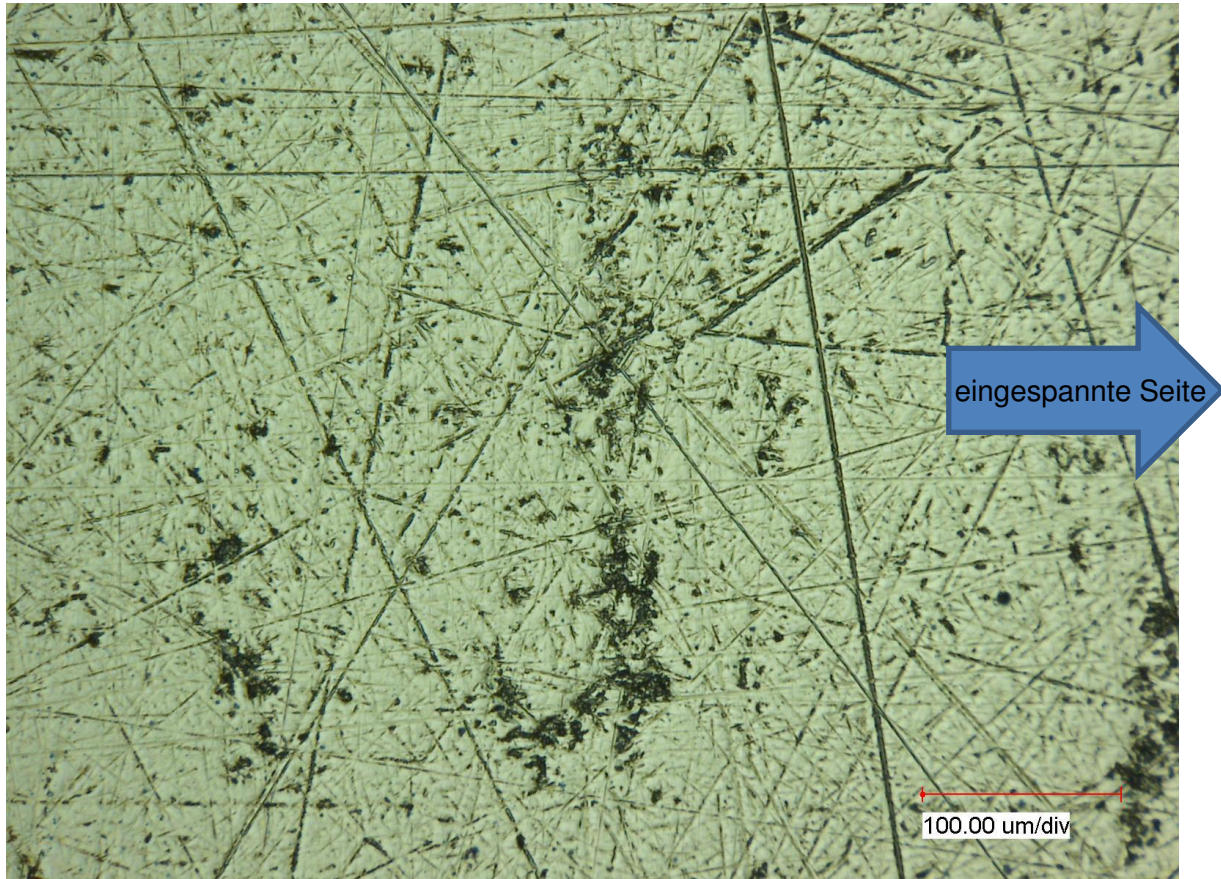


Abbildung A2. 1: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 5° mit 500-facher

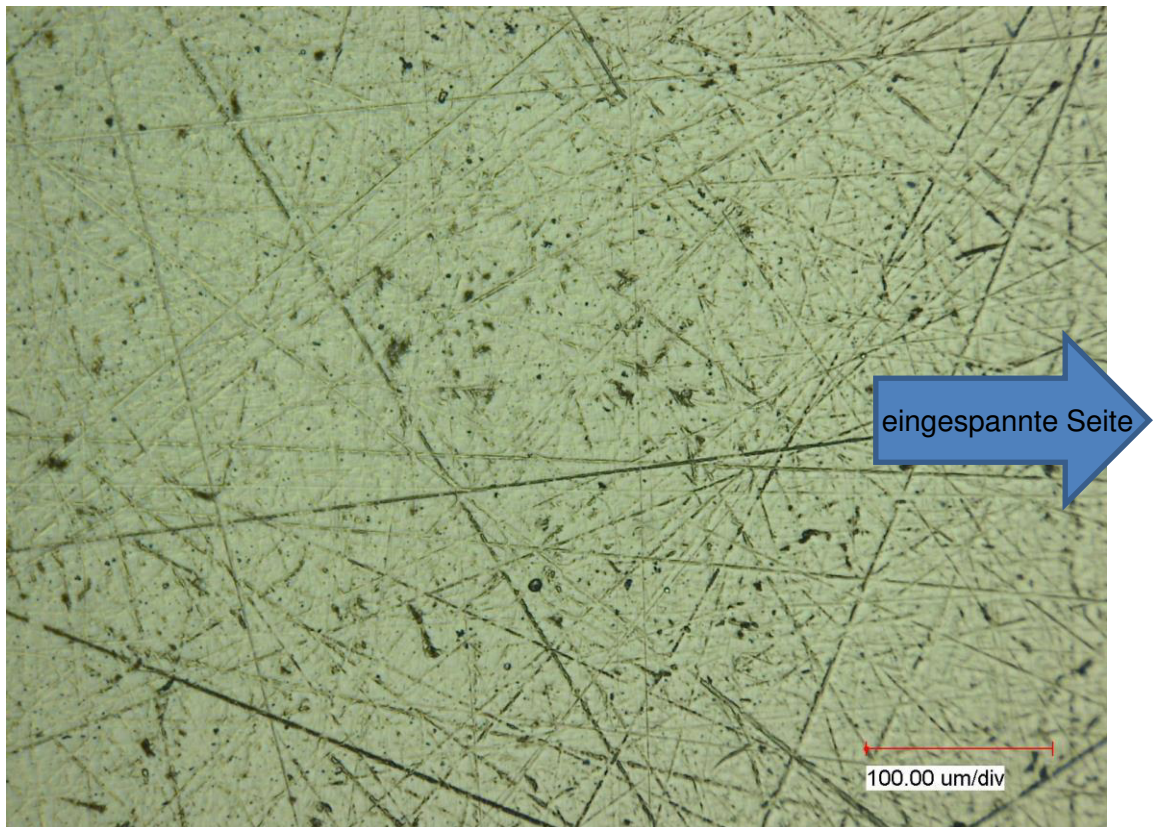


Abbildung A2. 2: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 10° mit 500-facher

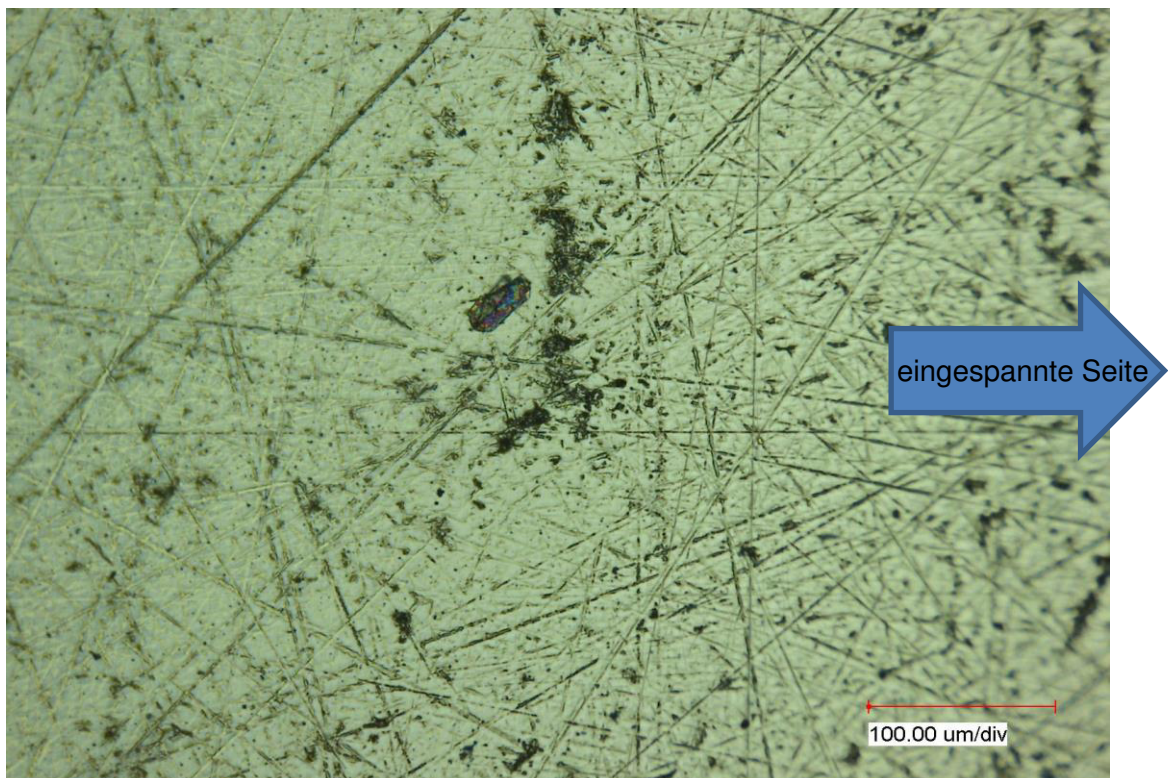


Abbildung A2. 3: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 15° mit 500-facher

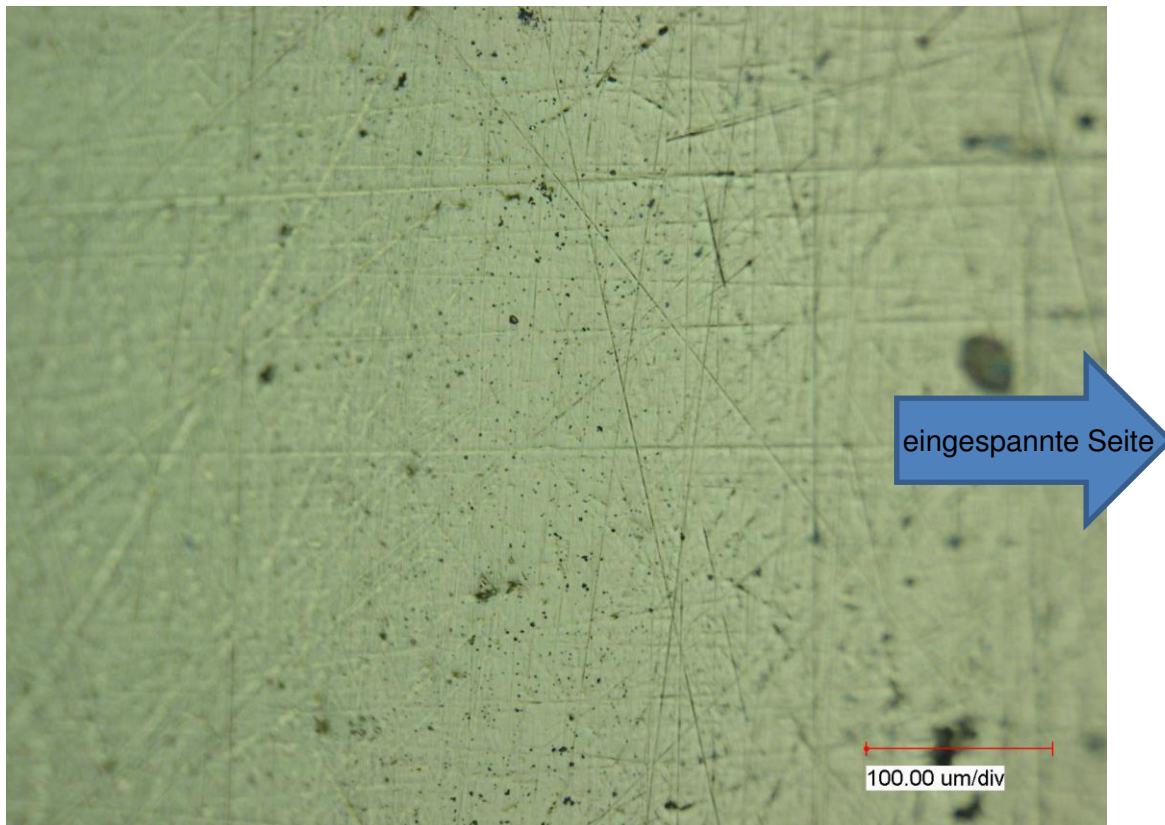


Abbildung A2. 4: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 20° mit 500-facher

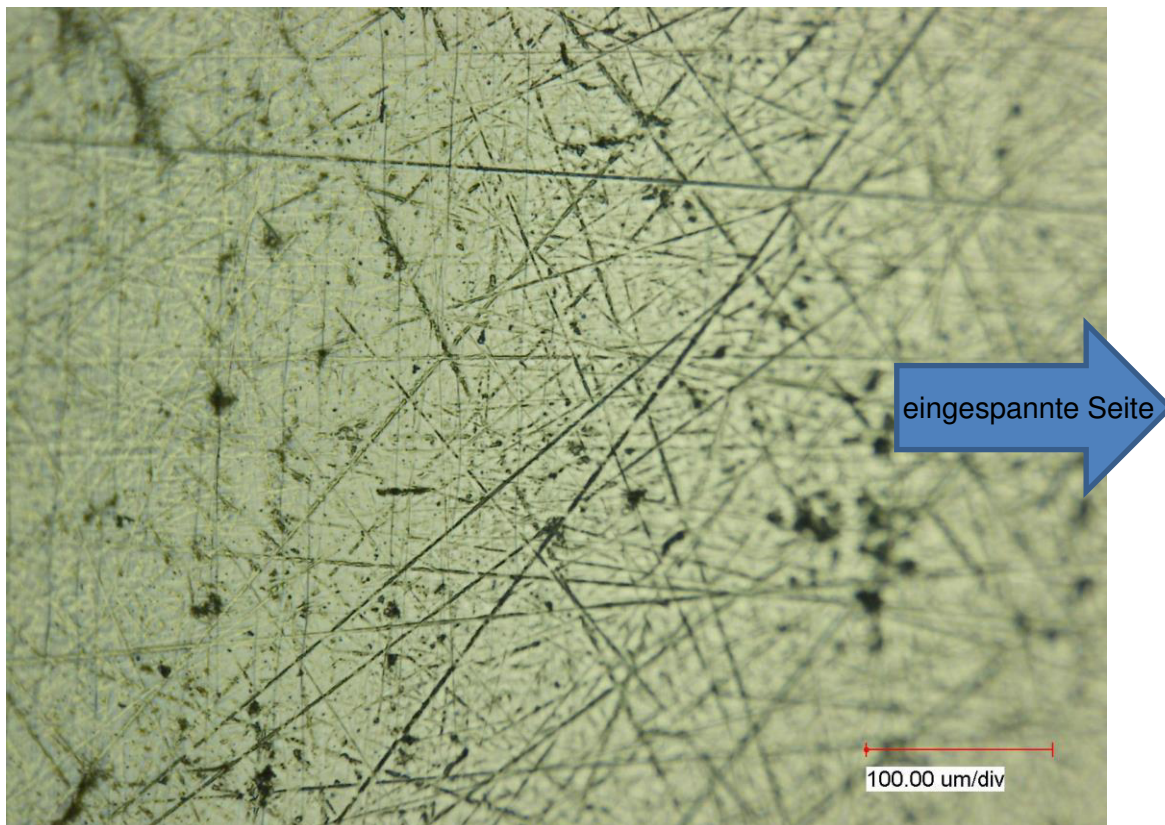


Abbildung A2. 5: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 25° mit 500-facher

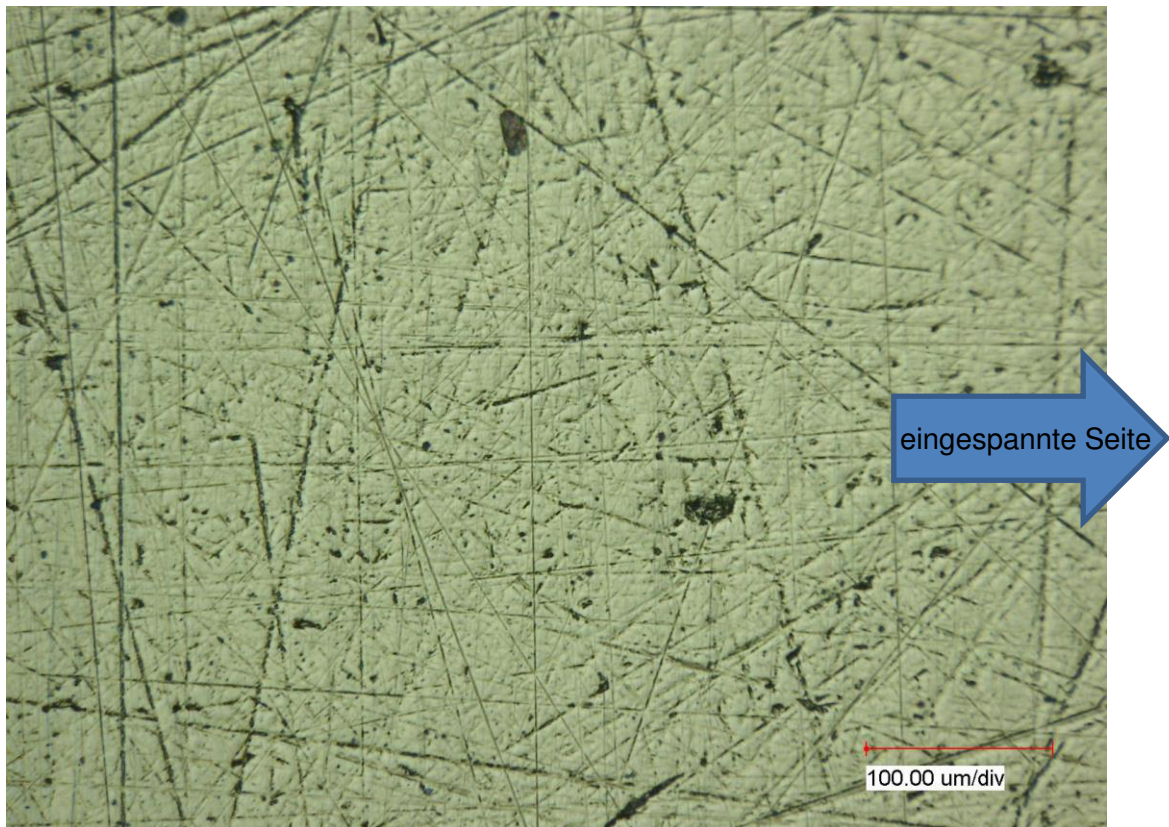


Abbildung A2. 6: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 30° mit 500-facher

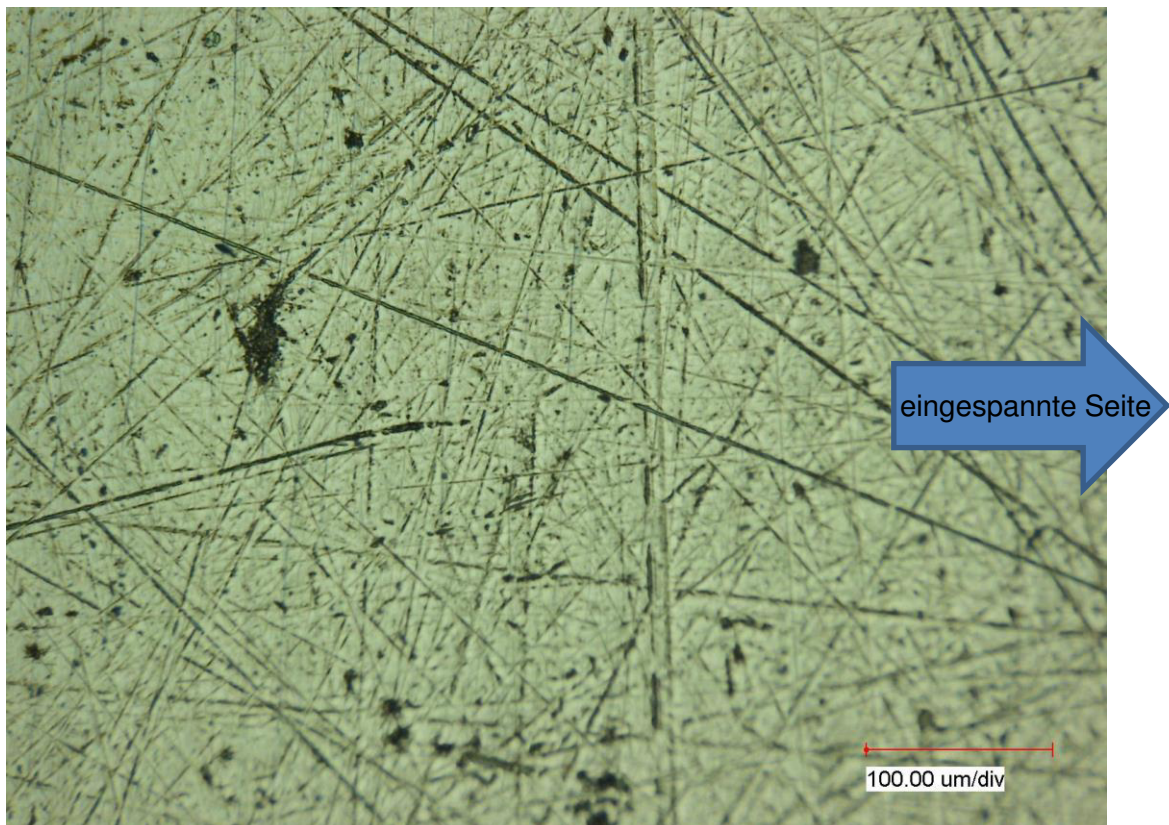


Abbildung A2. 7: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 35° mit 500-facher

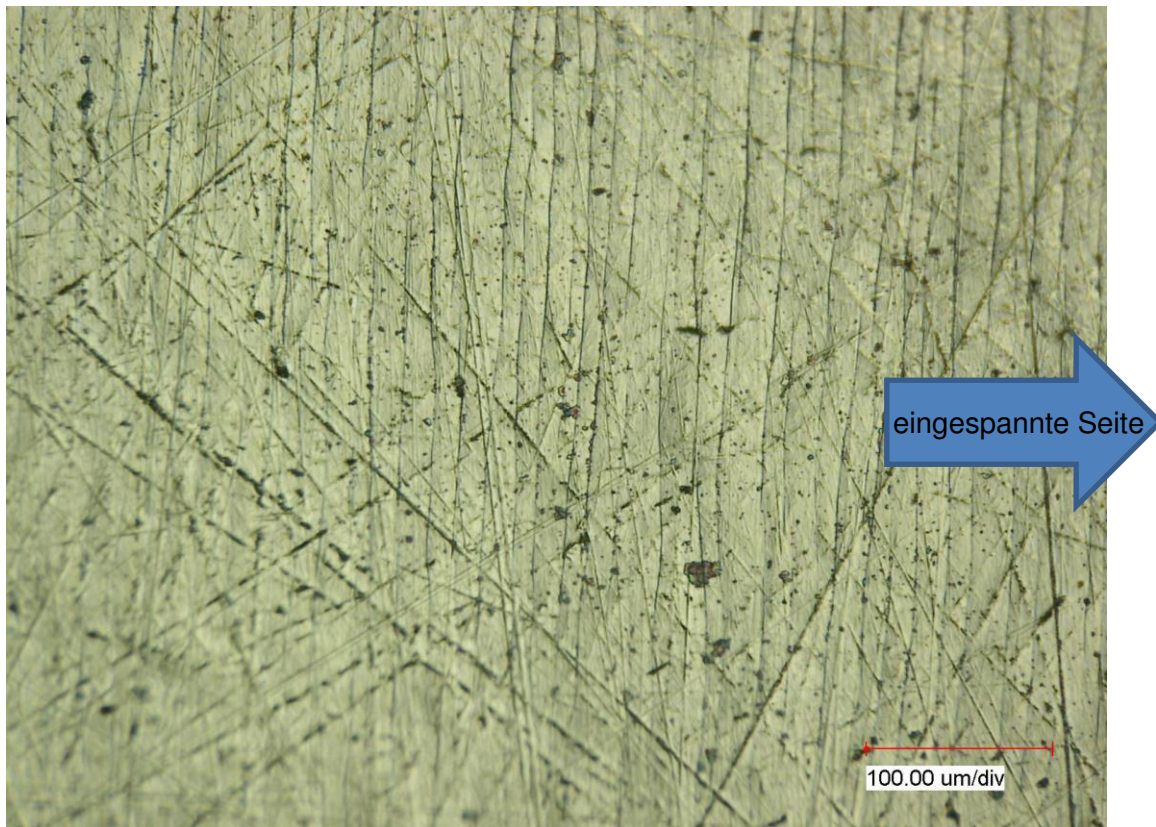


Abbildung A2. 8: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 55° mit 500-facher

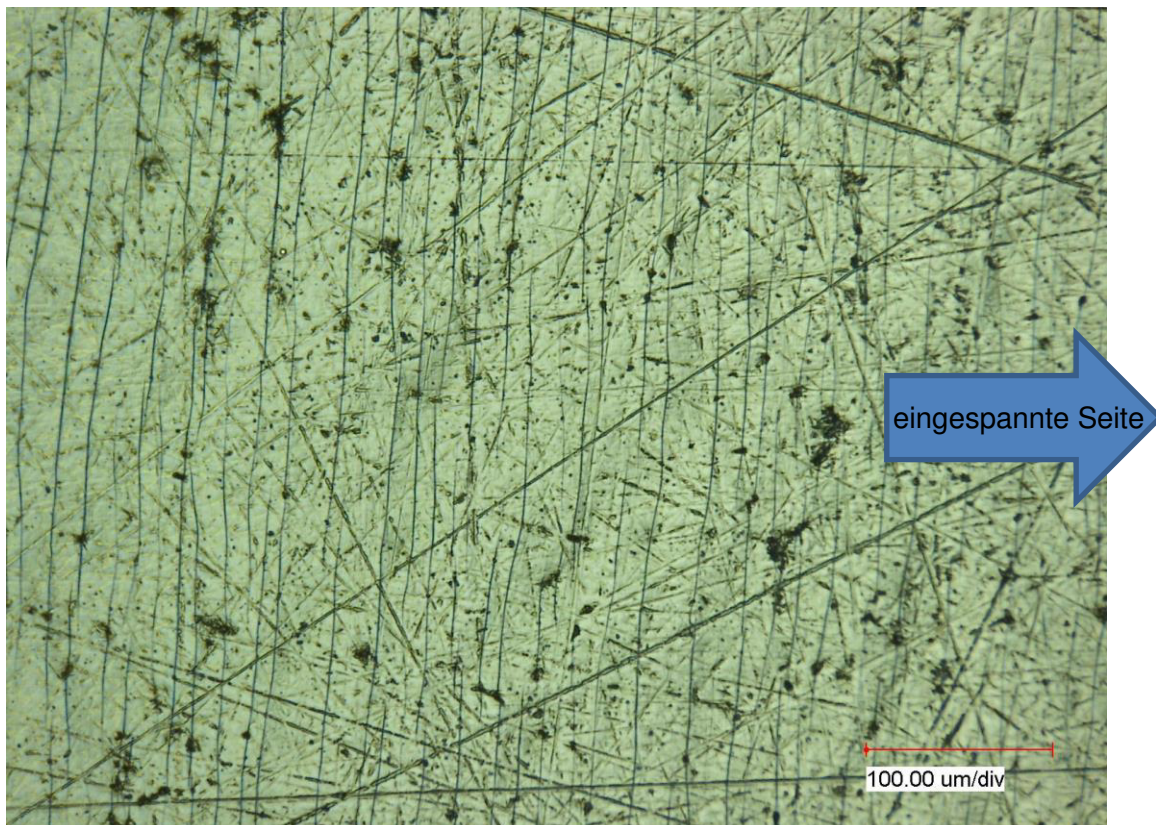


Abbildung A2. 9: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 60° mit 500-facher

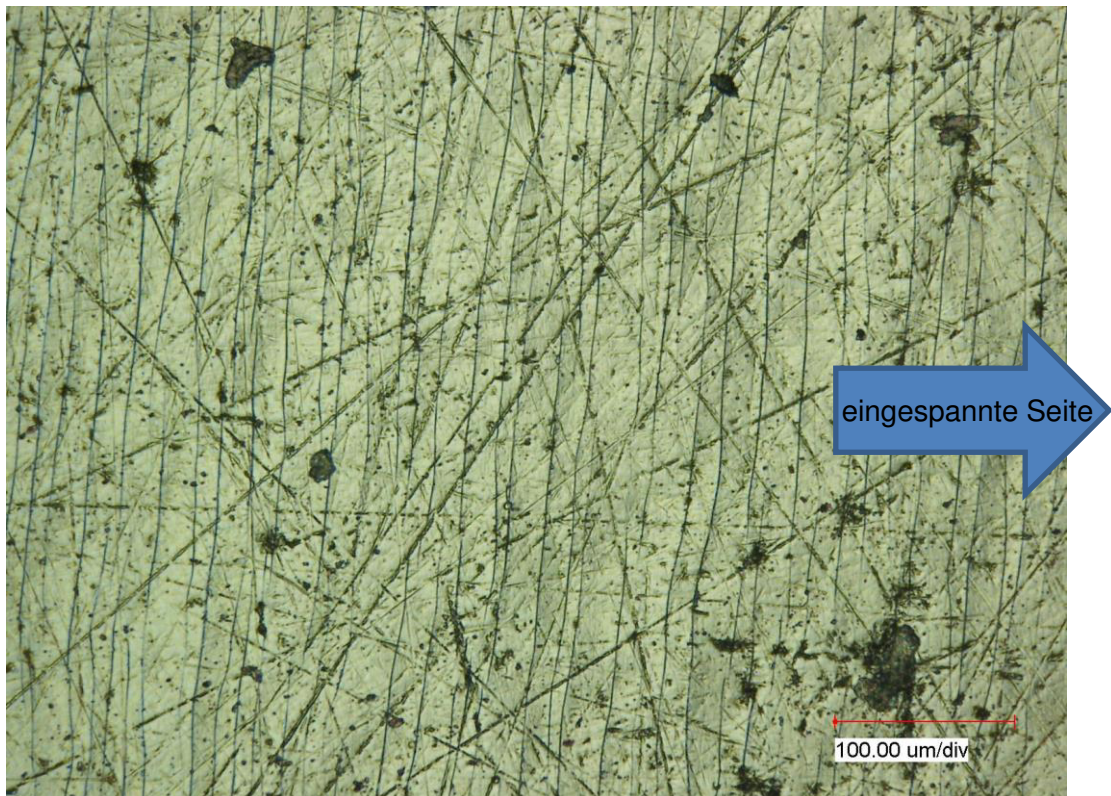


Abbildung A2. 10: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 65° mit 500-facher

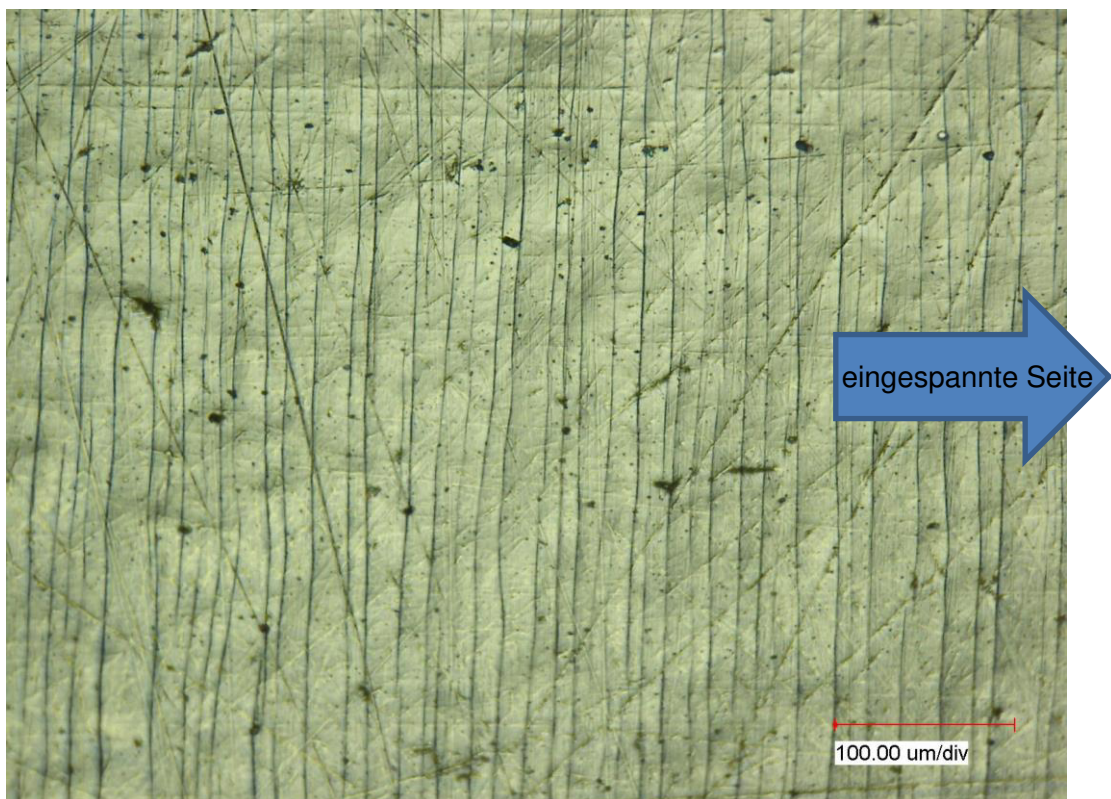


Abbildung A2. 11: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 65° mit 500-facher

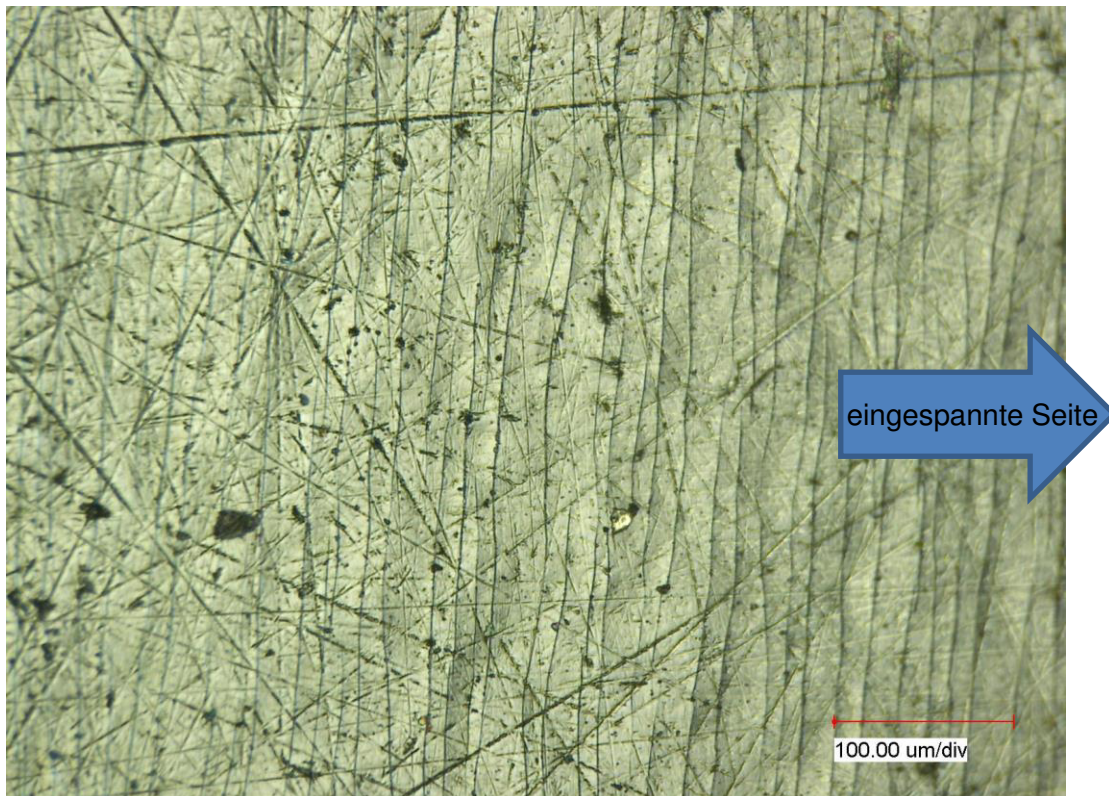


Abbildung A2. 12: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 75° mit 500-facher

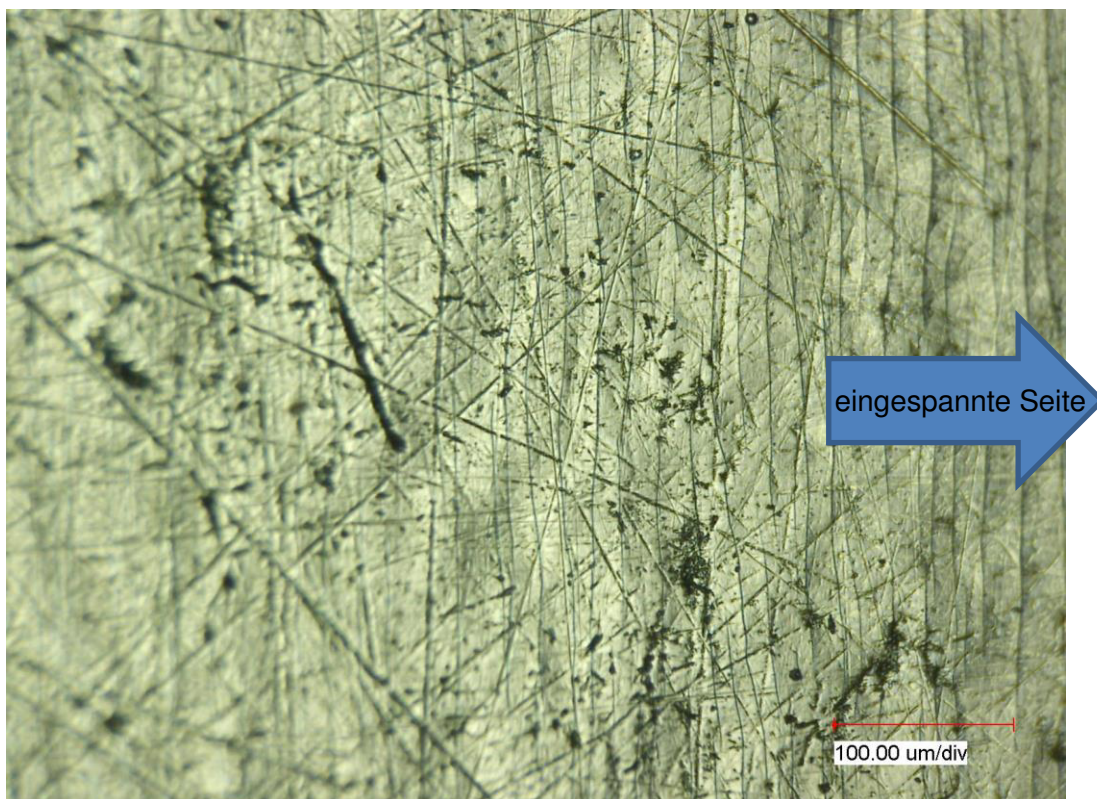


Abbildung A2. 13: Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 80° mit 500-facher

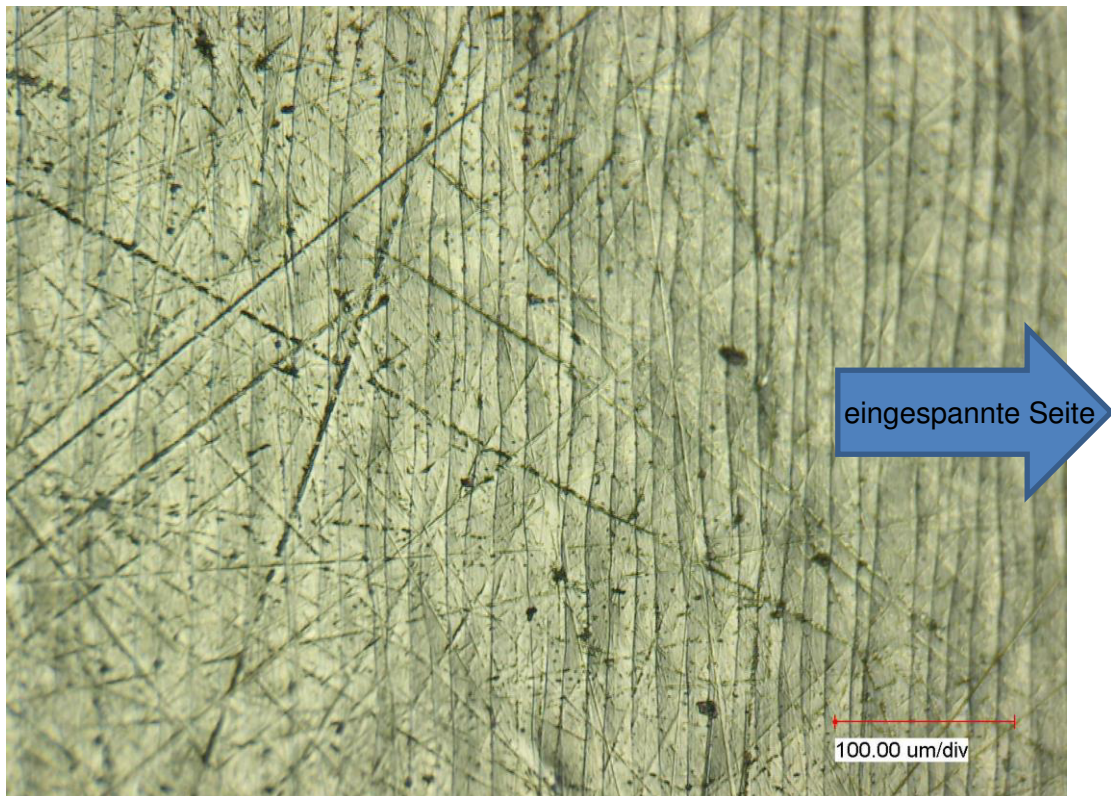


Abbildung A2. 14 Oberflächenaufnahme der Biegeprobe bei einer Biegung um 85° mit 500-facher

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Steffen Weißmantel dafür, dass er mir diese Bachelorarbeit ermöglicht hat und immer wieder für Fragen offen stand.

Ein großer Dank geht an die Frau Dipl. Ing. Maren Nieher und Frau Dipl. Ing. Manuela Hartwig für die Unterstützung, Einarbeitung und die zahlreichen Ratschläge.

Einen weiteren Dank möchte ich Herrn Dipl. Ing. Hagen Grüttner M. Sc, für die vielen EDX-Messungen und Tipps, und Herrn Dipl. Ing. René Bertram M. Sc, für die Härtemessungen und die stete Präsenz bei Problemen mit Messgeräten, entgegenbringen.

Ich danke auch allen anderen Mitarbeitern des LAZ für die freundliche Aufnahme und das angenehme Arbeitsklima.

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht.

Diese Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Mittweida, den 05.02.2015

Till Tiemann